

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA TEXTILNÍ

KATEDRA NETKANÝCH TEXTILIÍ



DIPLOMOVÁ PRÁCE

**PRŮZKUM MOŽNOSTÍ KARBONIZACE
OBJEMNÝCH STRUKTUR NETKANÝCH
TEXTILIÍ**

**THE RESEARCH OF POSSIBILITIES OF THE
CARBONIZATION OF THE HIGHLOFT
NONWOVENS**

Vedoucí diplomové práce:
Konzultant diplomové práce:
Autorka diplomové práce:

RNDr. Bohuslav Charvát
Ing. Jan Grégr
Veronika Duxová

Počet stran: 76
Počet obrázků: 52
Počet tabulek: 5
Počet příloh: 4

Prohlášení

Prohlašuji, že předložená *diplomová (bakalářská)* práce je původní a zpracoval/a jsem ji samostatně. Prohlašuji, že citace použitých pramenů je úplná, že jsem v práci neporušil/a autorská práva (ve smyslu zákona č. 121/2000 Sb. O právu autorském a o právech souvisejících s právem autorským).

Souhlasím s umístěním *diplomové (bakalářské)* práce v Univerzitní knihovně TUL.

Byl/a jsem seznámen/a s tím, že na mou diplomovou (*bakalářskou*) práci se plně vztahuje zákon č.121/2000 Sb. o právu autorském, zejména § 60 (školní dílo).

Beru na vědomí, že TUL má právo na uzavření licenční smlouvy o užití mé diplomové (*bakalářské*) práce a prohlašuji, že **s o u h l a s í m** s případným užitím mé diplomové (*bakalářské*) práce (prodej, zapůjčení apod.).

Jsem si vědom toho, že užít své diplomové (*bakalářské*) práce či poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem TUL, která má právo ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, vynaložených univerzitou na vytvoření díla (až do jejich skutečné výše).

V Liberci, dne 7.1. 2007

.....

Podpis

Poděkování

Chtěla bych poděkovat RNDr. Bohuslavu Charvátovi, vedoucímu diplomové práce a také Ing. Janu Grégrovi za odbornou pomoc, cenné rady a trpělivost při zpracování této práce.

Mé poděkování rovněž patří Ing. Pavlovi Pokornému a Ing. Janě Grabmüllerové za ochotu při výrobě a zpracování vzorků.

Dále děkuji Zuzance, Janičce a Veronice za obětavou pomoc.

V neposlední řadě děkuji mé rodině za finanční a morální podporu po celé období mého studia.

ANOTACE

Cílem této diplomové práce bylo prozkoumat možnosti karbonizace objemných, kolmo kladených netkaných struktur. Jako výchozí suroviny pro výrobu objemných struktur byla použita tato vlákna: Kynol, Basofil, Nomex, Kevlar a Viskóza.

Teoretická část této práce je zaměřená na seznámení se základními pojmy související s výrobou objemných netkaných textilií, představuje způsob výroby uhlíkových vláken a jejich možnosti využití.

Experimentální část práce se zabývá karbonizací objemných struktur v laboratorní karbonizační peci. U výsledných materiálů byla provedena mechanická zkouška (testování stlačitelnosti struktury) a byly sledovány změny struktury vzorků na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Klíčová slova

karbonizace, objemné netkané textilie, uhlíková vlákna, nehořlavá úprava vláken

ABSTRACT

The main aim of this diploma project was to examine the possibilities of the carbonization of the high-bulking, perpendicular-laid nonwovens. The following fibers were used as a original raw-material for the manufacturing of the nonwovens: Kynol, Basofil, Nomex, Kevlar and Viscoze.

The theoretical part of this project is focused on the basic conceptions in relationship with the manufacturing of the highloft nonwovens. Further it presents the methods of the production of the carbon fibers and the possibilities of its usage.

The experimental part of the project is engaged in the carbonization of the highloft nonwovens in a laboratory carbonizatial furnace. The mechanical test (compressibility of the structure) was made on the final product, as well as the changes of the structure of the samples trough the REM microscope were monitored.

Keywords

carbonization, highloft nonwovens, carbon fibers, fireproofing of the fibers

Obsah

ÚVOD	10
TEORETICKÁ ČÁST	11
1. NETKANÉ TEXTILIE	11
1.1 Definice netkaných textilií	11
1.2 Objemné textilie	13
1.2.1 Vlastnosti objemných textilií	13
1.2.2 Výroba objemných textilií	13
1.2.3 Příprava vlákenných vrstev pro výrobu objemných struktur	14
1.3 Technologie a zařízení k přípravě kolmo kladených textilií	15
1.3.1 Pojící postupy a zařízení kolmo kladených textilií	17
1.3.2 Laminace a horizontální řezání objemných NT	18
1.3.3 Uspořádání vláken v objemných netkaných textiliích	19
2. NEHOŘLAVÁ ÚPRAVA VLÁKEN	20
2.1 Řešení nehořlavosti textilních materiálů	20
2.1.1 Speciální úpravy	21
2.1.2 Použití nehořlavých vláken	22
2.2 Speciální vlákna s vysokou tepelnou odolností	23
2.2.1 Polymerní vlákna	23
2.2.2 Nepolymerní vlákna	31
2.3 Karbonizace textilií	40
3. VYBRANÉ ZKUŠEBNÍ METODY PRO EXPERIMENT	42
3.1 Stanovení objemové hmotnosti ČSN 80 0845	42
3.2 Stanovení tloušťky ČSN 80 0844	42
3.3 Testování hořlavosti – Zápalný test DIN 51 961	43
STATISTICKÉ CHARAKTERISTIKY	44
4.1 Charakteristika polohy	44
4.2 Charakteristika variability	44

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	46
4. PLÁN EXPERIMENTU	46
4.1 Příprava vlákenné vrstvy z příčně kladené pavučiny	47
4.1.1 Popis technologie výroby vlákenné pavučiny	47
4.2 Výroba objemných struktur kolmým kladením	49
4.2.1 Princip výroby objemné struktury	49
4.3 Materiál pro výrobu vlákenných vrstev	51
4.4 Úprava vzorků	51
4.5 Stabilizace vzorků	52
4.6 Karbonizace stabilizovaných vzorků	54
4.7 Měření stlačitelnosti textilie	67
4.8 Použité hodnotící experimentální techniky	69
4.8.1 Rastrovací elektronový mikroskop VEGA	69
4.8.2 Tloušťkoměr	69
5. VÝSLEDKY A DISKUZE	70
5.1 Zhodnocení postupu stabilizace a karbonizace	70
5.2 Zhodnocení výsledků stlačitelnosti	71
5.3 Zhodnocení výsledků z REM	72
 ZÁVĚR	 74
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	75
PŘÍLOHY	
Příloha A	
Příloha B	
Příloha C	
Příloha D	

Seznam použitých zkratk a symbolů

aj.	a jiné	
aktiv.	aktivovaný	
apod.	a podobně	
Ar	argon	
atd.	a tak dále	
cca	circa	
D	tloušťka vzorku	[m]
DSC	diferenciální skenování kalorimetrie	
H ₃ PO ₄	kyselina fosforečná	
karbon.	karbonizovaný	
L	délka vzorku	[m]
LKČ	limitní kyslíkové číslo	
LOI	limiting oxygen index	
m	hmotnost vzorku	[kg]
m _s	plošná hmotnost	[g/m ²]
m _v	objemová hmotnost	[kg/m ³]
např.	například	
MWNT	multiwall nanotubes	
NT	netkaná textilie	
obj.	objemové	
obr.	obrázek	
P	tlak	[kPa]
PAN	polyakrylonitril	
REM	rastrovací elektronový mikroskop	
s	směrodatná odchylka	
s ²	rozptyl	
SEM	skenování elektronový mikroskop	
stabil.	stabilizovaný	
SWNT	singlewall nanotubes	
TGA	termogravimetrická analýza	

tj.	to je	
v	variační koeficient	[%]
W	šířka vzorku	[m]
Z_i	stlačitelnost i-tého vzorku	[mm]
Z_k	stlačitelnost karbonizované textilie	[mm]
Z_p	stlačitelnost původní textilie	[mm]
zv.	zvětšený	

Úvod

Netkané textilie se v posledních letech staly významnou součástí textilního průmyslu, zejména objemné textilie představují v současnosti největší skupinu výrobků na bázi netkaných textilií. Jejich spektrum uplatnění je široké: stavebnictví, geotextilie, filtry, zdravotní textilie aj.

Uhlíková vlákna a uhlíkové textilie nabývají pro své vlastnosti, uplatňovat se za extrémních podmínek, i pro své elektrické vlastnosti stále většího významu. Pozornost je jim věnována díky jejich mimořádné mechanické a zvláště tepelné odolnosti a také v důsledku současného pokroku ve špičkových technologiích spojenou s rychlostí vývoje speciálních kompozitních materiálů, vyztužených vysoce kvalitními vlákny ojedinělých vlastností.

Cílem této diplomové práce byla výroba uhlíkové textilie z kolmo kladené objemné netkané struktury, jejich zhodnocení z hlediska změny struktury a výrobního postupu. Jako prekurzor k výrobě uhlíkových textilií byl použit více (Kynol, Viskóza) či méně (Nomex, Kevlar, Basofil) tradiční materiál.

U získaných uhlíkových struktur se předpokládá zvětšení měrného povrchu oproti výchozímu materiálu. V případě potvrzení této hypotézy se předpokládá reálné uplatnění uhlíkových objemných struktur jako sorpční materiál s vysokým měrným povrchem.

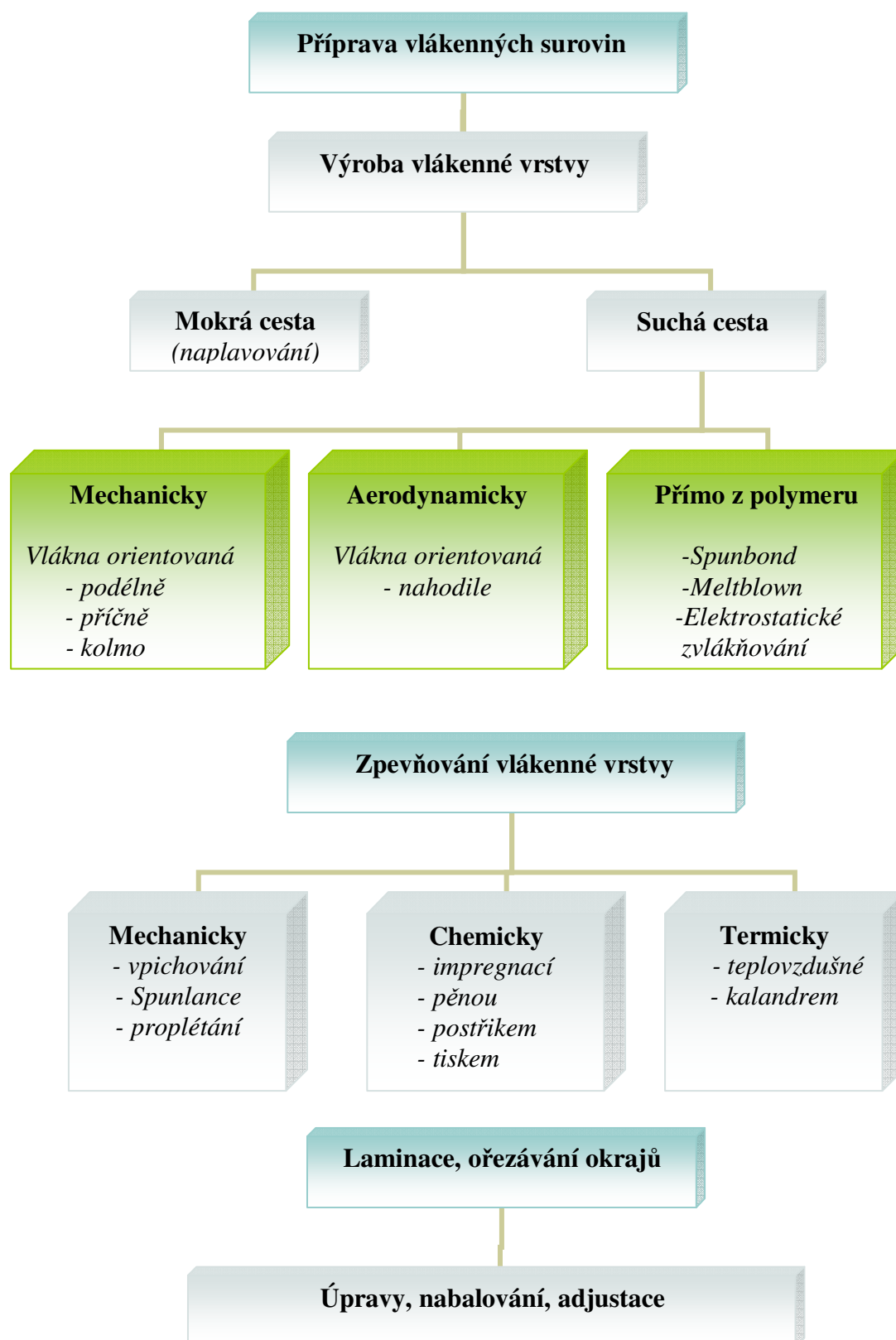
Teoretická část

1. Netkané textilie

1.1 Definice netkaných textilií

Netkané textilie zahrnují širokou škálu výrobků získaných nejrůznějšími technologiemi a odlišujícími se strukturou (obr.1).

Netkaná textilie je vrstva vyrobená z jednosměrně nebo náhodně orientovaných vláken, spojených třením a / nebo kohezí a / nebo adhezí s výjimkou papíru a výrobků vyrobených tkaním, pletením, všíváním, proplétáním nebo plstěním [1].



Obrázek 1: Schéma výroby netkaných textilií. Převzato z [1].

1.2 Objemné textilie

Objemné netkané textilie jsou definovány jako vlákenné struktury nízké objemové hmotnosti s vysokým poměrem tloušťky k plošné hmotnosti. Vlákna přitom mohou být konečná nebo nekonečná, pojená nebo nepojená. Objemné textilie obsahují méně než deset objemových procent pevné složky a jejich tloušťka přesahuje 3 mm [2].

Objemné textilie představují v současnosti největší skupinu výrobků na bázi netkaných textilií.

Hlavní oblasti použití objemných textilií jsou:

- čalounický a nábytkářský průmysl
- výplně matrací
- tepelně izolační vložky
- zdravotnické textilie
- filtry
- střešní a stavební izolace
- geotextilie
- materiál pro interiér automobilů (náhrada za polyuretanovou pěnu)
- materiál pro řemeslníky
- spací pytle, polštáře
- hračky

1.2.1 Vlastnosti objemných textilií

Nejdůležitějšími vlastnostmi při hodnocení použitelnosti objemných textilií jsou odolnost vůči stlačení a schopnost elastického zotavení po opakovaném namáhání. Závisí na nich hlavní funkce objemných textilií (výplňová schopnost, tepelná izolace, omak), které jsou závislé na tloušťce výrobku. Proto se stává schopnost objemných textilií udržet si tloušťku během a po zatížení tak významnou [2,3].

1.2.2 Výroba objemných textilií

Většina vysoce objemných textilií se vyrábí mechanickou nebo aerodynamickou cestou přípravy vlákenných vrstev. Vrstvy jsou pak dále zpevňovány mechanicky, postřikem disperze pojiva, zpěněním pojivem, teplovzdušným pojením s využitím vlákenných nebo práškových adhezí, případně srážením.

1.2.3 Příprava vláknenných vrstev pro výrobu objemných struktur

I. **Mechanické způsoby přípravy vláknenných vrstev** – mechanický způsob výroby spočívá ve vytvoření vláknenné pavučiny a jejím následném vrstvení. Proces výroby obecně zahrnuje:

- **Příprava vláknenné pavučiny** – k přípravě vláknenné pavučiny se využívá mykacích strojů. Popis technologie výroby vláknenné pavučiny je popsán v experimentální části diplomové práce (viz kapitola 4.1).
- **Vrstvení vláknenné pavučiny**
 - *Příčné kladení pavučiny* – popis technologie výroby vláknenné vrstvy z příčně kladené pavučiny je popsán v experimentální části diplomové práce (viz kapitola 4.1).
 - *Kolmé kladení pavučiny*

II. **Aerodynamická výroba vláknenné vrstvy** – při aerodynamické tvorbě rouna je vláknenná surovina rozvolněna rychle se otáčejícím šhubacím válcem opatřeným pracovním povlakem. Vlákna jsou z válce snímána kombinovaným účinkem odstředivé síly a přiváděného proudu vzduchu. Tímto proudem jsou vlákna unášena a ukládána na pohybujícím se síťovém dopravníku [1].

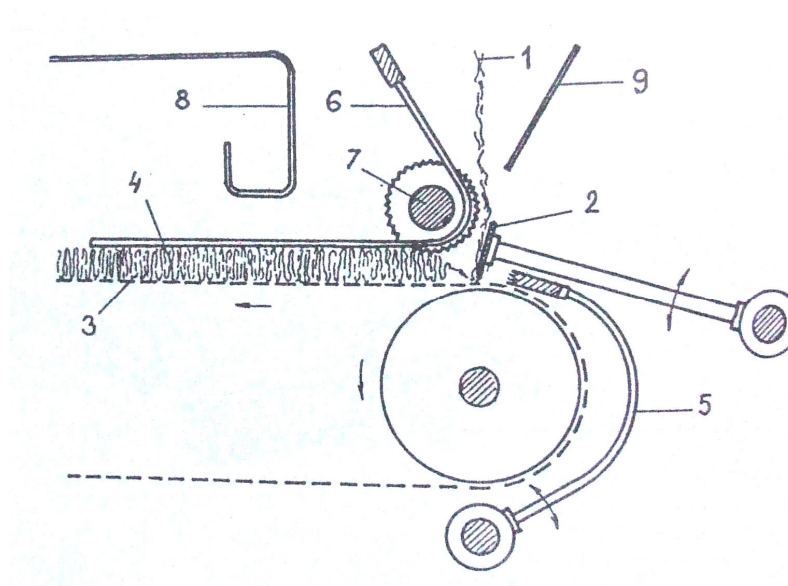
III. **Mechanicko-aerodynamická výroba rouna** – tato zařízení byla vyvinuta speciálně pro výrobu netkaných textilií. Cílem bylo vyrobit vláknennou vrstvu se strukturou blížící se izotopické. Princip výroby je založen na současném využití mechanických rozvolňovacích účinků, odstředivých a aerodynamických sil [1]. Pavučiny s izotropickým uspořádáním vláken jsou také zpracovatelné kolmým kladením, ale nedosahuje se odpovídajících vlastností objemných textilií ve stlačení.

1.3 Technologie a zařízení k přípravě kolmo kladených textilií

Pracovní postup výroby kolmo kladených netkaných textilií zahrnuje přípravu vláknenných surovin a přípravu vláknenné vrstvy. Ta se pak vrství operací kolmého kladení a teplovzdušně zpevňuje. Tento pracovní postup je znám jako technologie STRUTO. Typická kontinuální výrobní linka pro teplovzdušně pojené, kolmo kladené netkané textilie STRUTO se skládá z mykacího stroje, kladečího zařízení a teplovzdušné komory. K vývoji této technologie výroby vedla snaha zlepšit vlastnosti objemných textilií ve stlačení. Technologie byla vyvinuta na katedře netkaných textilií VŠST v Liberci v letech 1988-1993. Vláknenná pavučina je formována do vláknenné vrstvy kolmým kladečem. Ve vytvářené vrstvě zaujímají vlákna vertikální polohu na rozdíl od převážně podélného uspořádání vláken v pavučině. Zpracovatelnost pavučin z mykacích strojů není omezena typem vláknenných surovin. Pro kolmé kladení jsou zpracovatelné i vpichované vrstvy do 150 g/m² a také materiály vyrobené metodou melt-blown.

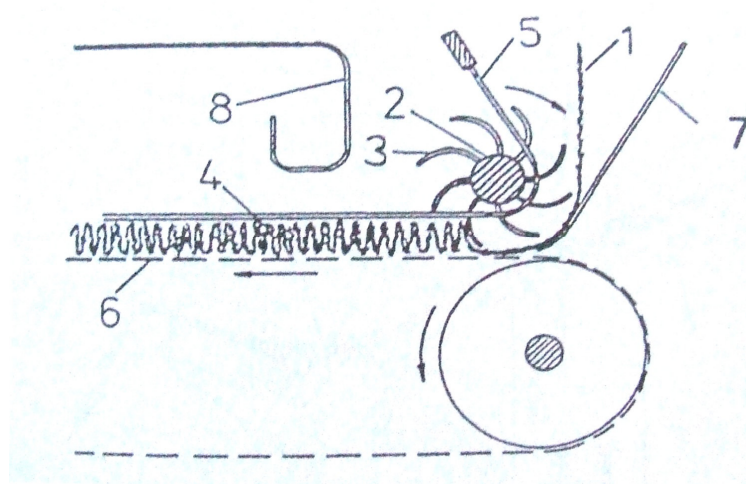
Pro výrobu vláknenných vrstev kolmým kladením byly vyvinuty dva základní principy kladečího zařízení:

- **Vibrační kolmý kladeč** (obr.2) – vratně se pohybující pilka stahuje pavučinu k síťovému pásu. Z pavučiny se tvoří sklad, který je z hrany pilky sejmut soustavou jehel umístěných na synchronně vratně se pohybující liště. Sejmutý sklad je přechovací lištou přiražen již k vytvořeným skladům, které tvoří kolmo kladenou vrstvu mezi dopravníkem a drátěným roštem [1]. Dopravník s vláknennou vrstvou prochází teplovzdušnou pojící komorou, nebo je vláknenná vrstva zpevněna mechanicky. Výrobky mají výraznou vertikální strukturu a hladký povrch [2].
- **Rotační kolmý kladeč** (obr.3) – vláknenná pavučina je přiváděna k soustavě pracovních kotoučů, jejichž hroty je formována do vláknenné vrstvy tvořené kolmými sklady. Sklady jsou snímány z hrotů soustavou drátů roštu, které jsou umístěny mezi jednotlivými pracovními kotouči [1]. Kolmo kladená vláknenná vrstva je pak transportována mezi síťovým dopravníkem a drátovým roštem do pojícího zařízení. Pro výrobky je typický drážkovaný povrch a do jisté míry skloněné polohy skladů.



Obrázek 2: Vibrační kolmý kladeč pavučiny. Převzato z [1].

1-pavučina z mykacího stroje, 2-kladecí pilka, 3-dopravník horkovzdušné komory, 4-kolmo kladená vlákenná vrstva, 5-pěchovací lišta, 6-drátový rošt, 7-tvořící válec, 8-kryt teplovzdušné pojící komory



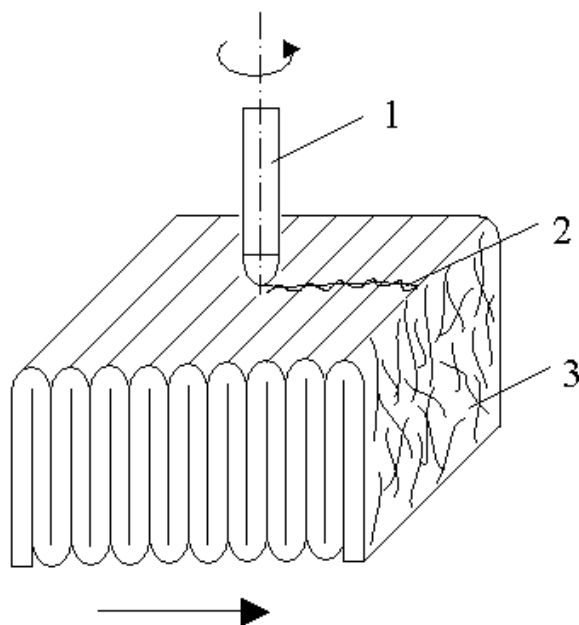
Obrázek 3: Rotační kolmý kladeč pavučiny. Převzato z [1].

1-pavučina z mykacího stroje, 2-pracovní kotouč, 3-hrot pracovního kotouče, 4-kolmo kladená vlákenná vrstva, 5-drátový rošt, 6-dopravník pojící komory, 7-příváděcí plech, 8-kryt pojící komory

1.3.1 Pojící postupy a zařízení kolmo kladených textilií

K pojení kolmo kladených vláknenných vrstev se využívá zejména dvou metod:

- **Teplovzdušné pojení** - v současné době je jedním z nejvyžívanějších způsobů zpevňování vláknenných vrstev. Důvodem je jeho vysoká produktivita, relativně nízká spotřeba energie a nízký stupeň znečišťování prostředí. Proces vyžaduje dobré promísení zpracovávaných vláken s pojivými mono- nebo bikomponentními pojivými vlákny. Pojení probíhá v teplovzdušných pojících komorách, které jsou vyhřívány elektricky nebo plynem. Pro pojení kolmo kladených vrstev byla vyvinuta pojící komora s horizontálním sítovým dopravníkem vyznačující se vysokou rovnoměrností teplot a proudění ohřevného media v ohřevné zóně [2].
- **Mechanické pojení** - princip mechanického zpevňování spočívá ve vytváření kvazi- přízí na povrchu vláknenné útvaru (obr.4). Vláknna, která vyčnívají z povrchu vláknenné vrstvy, jsou zachytávána pracovním elementem rotujícím nad vláknennou vrstvou. Vláknna se navzájem zaplétají, zakrucují a orientují ve směru pohybu zakrucovacího elementu [4].



Obrázek 4: Princip mechanického pojení

1-rotující element, 2-kvazi-příze, 3-kolmo kladená vláknenná vrstva

Mechanicky zpevněné kolmo kladené textilie nevyžadují oproti teplovzdušnému pojení dobré promísení základních a pojících vláken, čímž se výroba výchozí pavučiny zjednodušuje a celý proces je energeticky úspornější.

1.3.2 Laminace a horizontální řezání objemných NT

Cílem laminace je zvýšení tahové pevnosti kolmo kladených textilií, kombinace vlastností jednotlivých komponent a také násobení tloušťky výrobků. Výše uvedené postupy umožňují přípravu kompozitních materiálů přímo v procesu pojení základní kolmo kladené vrstvy:

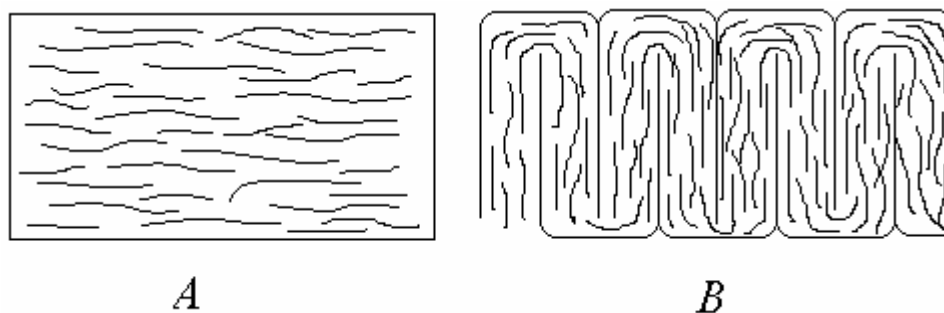
- **Laminace v průběhu teplovzdušného pojení** - princip spočívá v pojení kolmo kladené vrstvy a současně probíhá spojování s výztužným materiálem (sítovina, tkanina, pletenina, netkaná textilie, aj.).
- **Mechanická laminace** - vzájemné spojení vlákenné vrstvy s výztužným materiálem (např. armující sítovina), který se přikládá na jeden nebo oba povrchy vlákenné vrstvy a je pomocí kvazi-přízi s výrobkem spojen. Tímto způsobem získá výrobek požadovanou tahovou pevnost.

Ke vzájemnému spojování více objemných vrstev kvazi-přízemí, vytvořených z vláken vyčnívajících z povrchu obou vrstev, se využívá mechanického laminovacího stroje. Stroj pracuje na principu, který umožňuje vzájemně spojit textilie v horizontální rovině [4].

Závěrečnou operací je ořezávání okrajů a začišťování povrchu. Pro některé účely (např. oděvní tepelně izolační vrstvy) se požadují tenčí výrobky. Tento problém je vyřešen tak, že vyrobená objemná textilie se pak horizontálně rozřízne. Nedochozí přitom k znehodnocení požadovaných parametrů textilie, kterého se dosahuje s klesající tloušťkou textilie.

1.3.3 Uspořádání vláken v objemných netkaných textiliích

- **Aerodynamická výroba textilie** – tímto postupem vzniká vlákenná vrstva, v níž jsou jednotlivá vlákna v podstatě nahodile orientována, z čehož vyplývá menší rozdíl vlastností rovna v příčném i podélném směru. Takto vytvořená pavučina je také zpracovatelná při výrobě objemné netkaných textilií kolmým kladením, ale nedosáhne se natolik kolmých poloh vláken a odpovídajících vlastností ve stlačení. Při výrobě objemnějších vrstev se vlákna neukládají horizontálně, ale šikmo a tvoří šupinatou nebo vrstevnatou strukturu [1].
- **Příčně kladené textilie** – vlákna jsou v těchto textiliích orientována převážně rovnoběžně s rovinou textilie (obr. 5/a).. Tato poloha vláken je hlavním důvodem nízké odolnosti objemné textilie vůči stlačení a nízké schopnosti elastického zotavení po opakovaném či dlouhodobém zatěžování.
- **Kolmo kladené textilie** – vlákna jsou ve vrstvě orientována převážně kolmo k rovině textilie, čímž je dosaženo zvýšení odolnosti vůči stlačení (obr. 5/b). Vlákna jsou v průběhu stlačování namáhána spíše na vzpěr než na ohyb. Takto vyrobené textilie mají výrazně lepší vlastnosti než aerodynamické a příčně kladené výrobky [2].



Obrázek 5: Schéma uspořádání vláken,
A- v příčně kladených textiliích, B- v kolmo kladených textiliích

2. Nehořlavá úprava vláken

Běžné typy přírodních a syntetických vláken jsou hořlavé organické látky. Nehořlavá úprava se stává jedním z nejdůležitějších parametrů při výrobě uhlíkových vláken a textilií, zejména pokud jsou jako výchozí materiál (prekurzor) použita viskózní vlákna nebo jiná vlákna s nízkou tepelnou odolností.

Proces hoření je složitá soustava fyzikálně-chemických dějů. Základem procesu je vývoj tepla chemickou reakcí. Teplotní režim v procesu hoření závisí na dvou hlavních faktorech – na rychlosti přívodu tepla a rychlosti odvodu tepla. Rychlost přívodu tepla určují zákony chemické kinetiky, rychlost odvodu tepla určují fyzikální a chemické vlastnosti reagující soustavy a okolí. Proces hoření podmiňuje přítomnost tří základních složek – tepla, paliva a kyslíku.

Hořlavost textilních materiálů ovlivňuje řada faktorů :

- chemické složení substrátu
- fyzikální vlastnosti substrátu, sráživost, tavitelnost
- geometrická struktura textilu

Důležité údaje o hořlavosti materiálů a účinnosti nehořlavých úprav poskytuje *limitní kyslíkové číslo LKČ* (= LOI – Limiting Oxygen Index). LKČ vyjadřuje nejnižší koncentraci kyslíku ve směsi s dusíkem (v %), která stačí ještě na to, aby materiál při podmínkách zkoušky hořel [5].

$$LKČ = \frac{[O_2]}{[N_2] + [O_2]} * 100 \quad [\%] \quad (1)$$

2.1 Řešení nehořlavosti textilních materiálů

Existuje řada různých způsobů pro potlačení hořlavosti textilních materiálů. Je několik teorií, které vysvětlují účinek jednotlivých způsobů [6].

- I. **Teorie ochranné vrstvy:** je založena na předpokladu vzniku ochranné vrstvy na povrchu vlákna. Např. anorganické soli se působením tepelného zdroje taví a

vytvářejí kolem vlákna ochrannou bariéru, čímž brání přístupu kyslíku k hořlavým podílům rozkladu vlákna.

- II. ***Plynová teorie:*** obsahuje retardanty, které tvoří plynné produkty při teplotě nižší než je teplota zápalná , nebo produkují plyny, které jsou při teplotě zápalné nehořlavé a zředí ty hořlavé.
- III. ***Termická teorie:*** jde o retardanty, které prochází endotermickými změnami jako tavení, krystalizace nebo ztráta vody. Např. anorganické soli obsahující dostatečné množství krystalické vody a tuto vodu při tepelném nárazu odštěpují, čímž dochází k ochlazení textilie pod teplotou zápalu.
- IV. ***Teorie katalytické dehydratace:*** retardanty způsobují při hoření zuhelnatění a tvorbu vodních par [7].

Snížení hořlavosti textilních materiálů lze v podstatě docílit dvěma způsoby:

- speciálními úpravami textilií nebo hotových výrobků
- použitím vláken se sníženou hořlavostí

2.1.1 Speciální úpravy

Pro nehořlavé úpravy se používají organické a anorganické sloučeniny. Počet známých a používaných prostředků je v současné době značný a jsou aplikovány jak podle typu vlákna a textilie, tak podle požadovaného stupně a stálosti úpravy. Přesto, že některými prostředky se dosahují velmi dobré výsledky z hlediska snížení hořlavosti , mají nehořlavé úpravy i některé nevýhody. Je to především otázka snížení pevnosti, změna odstínu a brilance u některých barevných odstínů, zhoršení omaku a ohybové tuhosti.

Nehořlavými úpravami je dosahováno příznivých výsledků převážně na textiliích vyrobených z přírodních materiálů a z celulózových chemických vláken [6].

Povrchové úpravy nejsou pevně zafixovány ve struktuře, ale pouze na povrchu a mohou způsobovat zhoršení některých vlastností . Proto jsou na přípravky pro nehořlavou úpravu kladeny určité požadavky:

- dostatečný retardační účinek hoření
- stálost úpravy při praní a chemickém čištění
- odolnost proti povětrnostním podmínkám
- jednoduchá aplikace

- retardant by neměl mít vliv na pevnost, omak a oděr materiálu
- retardant nesmí být zdraví škodlivý
- při pyrolýze se nesmí uvolňovat toxické plyny [8].

2.1.2 Použití nehořlavých vláken

Druhým základním principem je použití vláken se sníženou hořlavostí. Tato cesta má několik možných variant řešení:

- přidavkem speciálních přísad – retardérů hoření
- chemickou modifikací polymerů
- výrobou vláken z nehořlavých polymerů, kopolymerů a jejich směsí

Ve skupině vláken se sníženou hořlavostí je třeba rozlišovat běžné typy chemických a syntetických vláken, u kterých je přidavkem speciálních látek (retardérů hoření) způsoben zásah do reakčního mechanismu hoření, a dále vlákna připravená z nehořlavých polymerů.

Retardéry hoření, používané k úpravám běžných typů vláken, jsou nejrůznějšího složení. Z fyzikálně-chemického hlediska jde o skupinu aditivních a reaktivních retardérů. Aditivní retardéry vytvářejí s taveninou nebo roztokem polymeru pouze mechanickou směs. Reaktivní se mechanicky vážou na makromolekulární řetězec.

Výhodnějšími jsou reaktivní retardéry, protože se vyznačují vyšší stabilitou účinků, zachováním tepelné odolnosti, zlepšením charakteristik stárnutí a mají i menší plastifikační účinek. Nevýhodou je jejich větší spotřeba.

Nejvýznamnějšími aditivními adaptéry jsou z anorganických (sloučeniny antimonu), z organických (sloučeniny fosforu) a halogenů, hlavně estery kyseliny fosforečné. Z reaktivních retardérů jsou nejpoužívanější halogenové uhlovodíky a fosfor halogenové sloučeniny.

Vlákna z nehořlavých polymerů mají vzhledem ke svému charakteru speciální postavení. Jejich vývoj si vynutily některé speciální obory, např. kosmický průmysl, vývoj špičkových kompozitních materiálů, automobilový průmysl a další. Jde o vlákna, u kterých je nehořlavost a tepelná odolnost již primární vlastností [6].

2.2 Speciální vlákna s vysokou tepelnou odolností

Textilie odolné vůči teplu mají zabránit nejen zapalení a šíření ohně, ale chránit jako bariéra proti pronikání vysokých teplot a ohně do dalších vrstev nebo na povrch těla. Tedy samotná nehořlavost nepostačuje a je vyžadována i tepelná odolnost. To vedlo k výzkumu vláken, která nejsou termoplastická a odolávají pyrolýze do cca 400 °C. Nad touto teplotou tvoří aromatické zuhelnatělé struktury, které mají stále dostatečné mechanické vlastnosti pro alespoň krátkodobé použití. Takto se chovají jak aromatické polyamidy, tak celá řada dalších polymerů, jejichž LOI je větší než 30. Bylo zjištěno, že tendence ke tvorbě zuhelnatění souvisí přímo právě s LOI [9].

Existuje celá řada nehořlavých a tepelně odolných vláken, (aramidová, melaminoformaldehydová, novolaková, polyamidová, polybenzimidazoly, PS vlákna, PBT vlákna, PEEK vlákna, skleněná, čedičová, atd.), proto se dále v této práci podrobněji zaměříme zejména na vlákna uhlíková a vlákna, která jsou použita jako výchozí surovina pro výrobu uhlíkových vláken v experimentální části diplomové práce (Kynol, Basofil, Nomex, Kevlar).

Speciální nehořlavá vlákna, můžeme rozdělit do dvou základních skupin:

- polymerní vlákna
- nepolymerní vlákna

2.2.1 Polymerní vlákna

▪ KYNOL

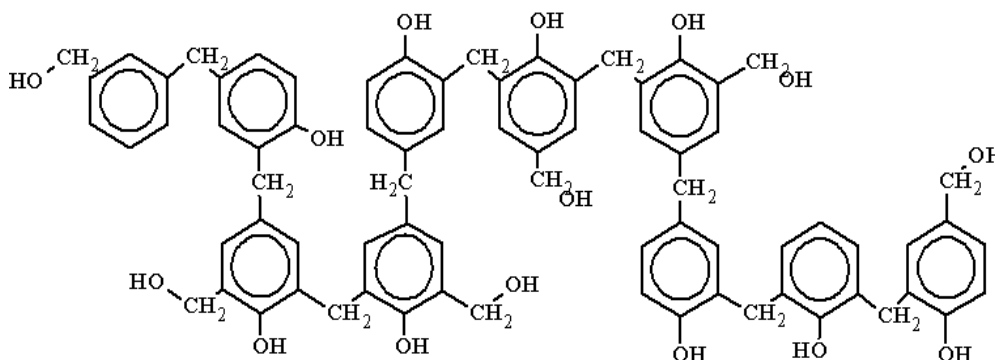
Novoloidová vlákna Kynol, vynalezená v roce 1968 společností Carborundum (Niagara Falls, NY), jsou vlákna s vynikající odolností vůči ohni a chemikáliím. Jako jediná fenolová vlákna, běžně na trhu dostupná, slouží i jako polotovary pro řadu uhlíkových vlákených a textilních výrobků a příbuzných materiálů z aktivovaných uhlíkových vláken s vysokou tepelnou a chemickou odolností a s vynikajícími sorpčními a omakovými vlastnostmi.

Vlákna Kynol jsou vytvrzená fenol-aldehydová vlákna, vyrobená kyselým katalyzovaným zesítním novolakové pryskyřice, zvlákněné v tavenině tak, aby se vytvořila zcela zesítněná, třírozměrná, amorfnní síťová polymerní struktura, která se

podobá struktuře teplem tavitelných fenolových pryskyřic. Chemicky obsahují vlákna přibližně 76 % uhlíku, 18 % kyslíku a 6 % vodíku. Vlivem své základní chemické struktury se nedají vlákna Kynol tavit a rozpouštět a mají takové fyzikální a chemické vlastnosti, které je zřetelně odlišují od jiných přírodních a chemických vláken [11].

Vlákna se připravují ve dvou fázích:

1. V první fázi se provádí tavné zvlákňování nízkomolekulárních novolaků a vznikají nezesítená vlákna.
2. Ve druhé fázi dochází k zesítnění formaldehydem v plynné nebo kapalně formě při 100 - 150 °C. Vzniká nerozpustná a netavitelná třírozměrná amorfní struktura .



Vlastnosti vláken Kynol:

➤ délka vláken	1–100	mm
➤ délková hmotnost	14–33	μm
➤ měrná hmotnost	1270	kg/m ³
➤ tažnost	30–60	%
➤ navlhavost	6–7	%
➤ degradace	nad 370	° C
➤ LOI	33	

Vlákna se vyznačují výbornou odolností vůči většině chemikálií a rozpouštědel, působí na ně pouze koncentrované nebo horké kyseliny (sírová a dusičná) a silné zásady.

Při zahřívání nad 250 °C bez přítomnosti kyslíku ztrácejí vlákna Kynol postupně na své hmotnosti, až jsou kolem 700 °C zcela zkarbonizovaná a výtěžnost uhlíku je cca

55–60 %. Přitom se netaví a pouze zlomek malého objemu vytvořených těkavých látek je hořlavý.

Možnosti uplatnění:

- ochranné oděvy a pomůcky pro požárníky
- tepelné bariéry
- kabely, optická vlákna
- náhrada azbestu
- kompozitní materiály

Uhlíková vlákna Kynol

Novoloidová vlákna Kynol se staly výbornými polotovary pro výrobu uhlíkových vláken a textilních výrobků. S vysokou výtěžností se mohou karbonovat v kabelu nebo jako hotové výrobky, plst a textilie, pouhým jednostupňovým vysokoteplným zpracováním v inertním prostředí, bez předběžné úpravy nebo za použití napětí během karbonizace. Sráživost materiálu při karbonizaci je nízká, dá se předem odhadnout (cca 20 %). Strukturální deformace je minimální.

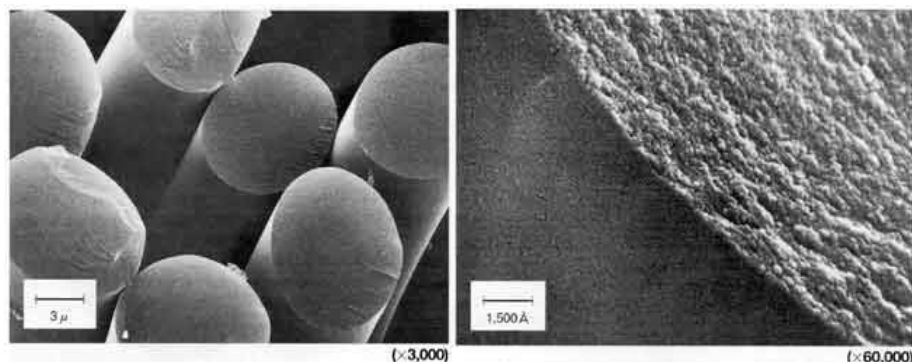
Uhlíková vlákna na bázi novoloidu Kynol jsou amorfní struktury a zpracování při teplotách, obvyklých pro grafitizaci (2000 °C a vyšší) nevytváří typické, dobře uspořádané, grafitové molekulární struktury. Proto je uhlíkové vlákno Kynol nízkomodulový materiál s mírnou pevností v porovnání s vysokomodulovými uhlíkovými vlákny velké pevnosti, jež jsou vyrobené z polyakrylonitrilu (PAN) a jiných polotovarů [11].

Aktivovaná uhlíková vlákna Kynol

Novoloidová vlákna a textilie Kynol mohou být transformovány na aktivní uhlíková vlákna, přičemž kombinace obou procesů se děje v jednom stupni. Jak karbonizace, tak i aktivace může být provedena na vláknech nebo hotovém finálním výrobku, jako jsou plst a plošné textilie. Povrch aktivovaného materiálu může dosáhnout plochy až 300 m²/g. Výraznými přednostmi aktivovaných uhlíkových vláken jsou ohebnost a pevnost.

Póry uhlíkových vláken Kynol (obr.6) jsou celkem stejné velikosti a spíše rovné než rozvětvené, jako u granulí. Poloměr pórů a objem se zvětšuje (povrchová plocha)

zvyšující se aktivací, a tak mohou být kontrolovány selektivní adsorpcí polypeptidů a podobných velkých molekul. Tvar pórů a velký povrch v poměru k objemu vláken umožňuje (ve srovnání s granulovaným aktivovaným uhlíkem) mimořádně rychlou a účinnou adsorpci a desorpci [11].



Obrázek 6: Aktivovaná uhlíková vlákna Kynol.

Při zvětšení je dobře patrná mikroporézní struktura. Převzato z [12].

Uplatnění aktivovaných uhlíkových vláken:

- filtry na čištění vzduchu a kapalin
- filtry odolné vůči radiaci
- dialyzní filtry
- obvazy na páchnoucí rány
- ochranné oděvy proti chemikáliím
- elektrické a elektronické výrobky

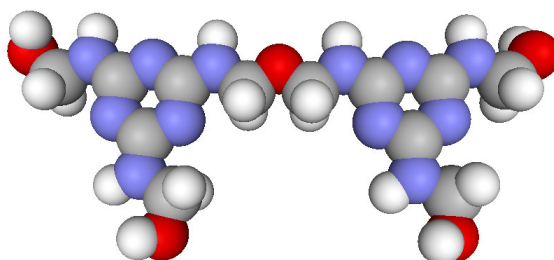
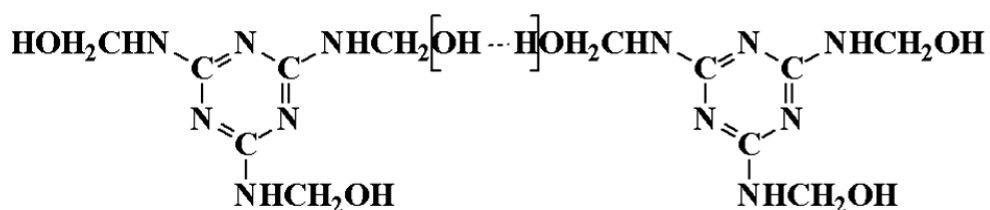
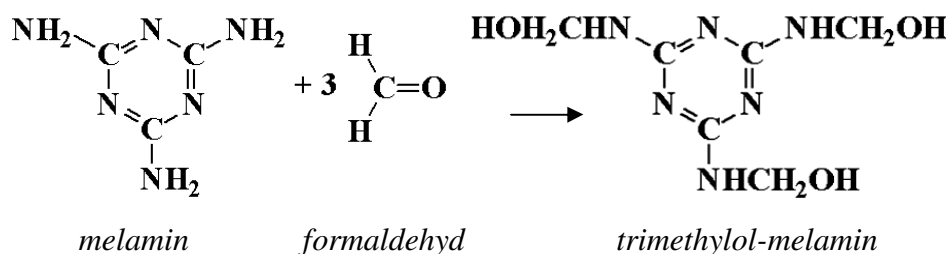
[11]

▪ BASOFIL

Basofil je ohni a žáruvzdorné vlákno, vyvinuté firmou BASF v roce 1992 na bázi melaminoformaldehydových pryskyřic. Kombinuje dobré žáruvzdorné vlastnosti s vynikající chemickou a hydrolytickou stabilitou. Vláknem se s úspěchem využívá ve tkaných a i netkaných technologiích, kde není požadována vysoká pevnost výsledné textilie. Vláknem lze zpracovávat obvyklými postupy a je možné mísit vlákna dohromady s jinými vlákny. Používají se směsi s viskózou, bavlnou, polyestery a aramidy [13].

Vlákna se vyrábějí kondenzační reakcí. Výchozím materiálem je melamin. Ačkoliv melamin je považován za nereaktivní, jeho symetrie a funkčnost ho činí

vhodným pro sloučení stavebních jednotek v kondenzačních reakcích s formaldehydem. První formované počáteční produkty jsou trimethylol-melamin, který pak dále reaguje s eliminací vody.



Tak se vytváří zesíťená, trojrozměrná, amorfnní polymerní struktura s vlastnostmi jako je tvrdost, chemická odolnost a nízká hořlavost. Při vhodné viskozitě se provádí zvláknňování a stabilizace křehkého vlákna. Omezení křehkosti se docílí přidávkou speciálních plastifikačních látek, které snižují stupeň zesíťení a zlepšují mechanické vlastnosti.

Vlastnosti Basofilu:

➤ délka vlákna	20–50	mm
➤ měrná hmotnost	1400	kg/m ³
➤ navlhavost	5	%
➤ pevnost	2–4	cN/dtex

➤ modul	60	cN/dtex
➤ tažnost	15–20	%
➤ degradace	nad 370	° C
➤ LOI	32	

Sráživost při teplotě 200 °C je pod 1%, je dobře barvitelný, má příjemný omak, má výborné tepelné vlastnosti a extrémní odolnost vůči ohni. Také chemická odolnost vláken vůči zásadám a organickým rozpouštědlům je vynikající. Odolnost vůči kyselinám je však průměrná.

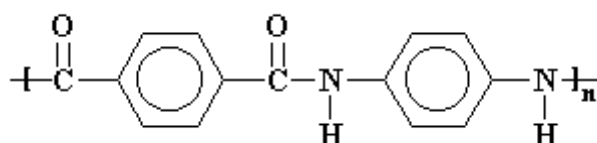
Možnosti uplatnění:

- filtrační textilie
- tepelně izolační bariéry
- žáru a ohnivzdorné ochranné oděvy [9,10,13]

▪ ARAMIDOVÁ VLÁKNA

Nomex byl první vlákno skupiny meta-aromatických polyamidů firmy Dupont, jehož komerční výroba se datuje od začátku 60-tých let. Toto vlákno je označováno jako první ze třídy tzv. vysoce výkonných speciálních vláken. Zhruba o 10 let později firma Dupont začala s produkcí vláken Kevlar ze skupiny para-aromatických polyamidů. Kevlar se vyznačuje především vysokou pevností a tuhostí. Aramidy se standardně připravují polykondenzační reakcí aromatických diaminů a dikyselin, resp. chloridů dikyselin [9,10].

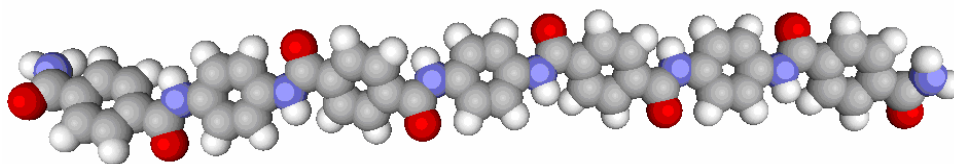
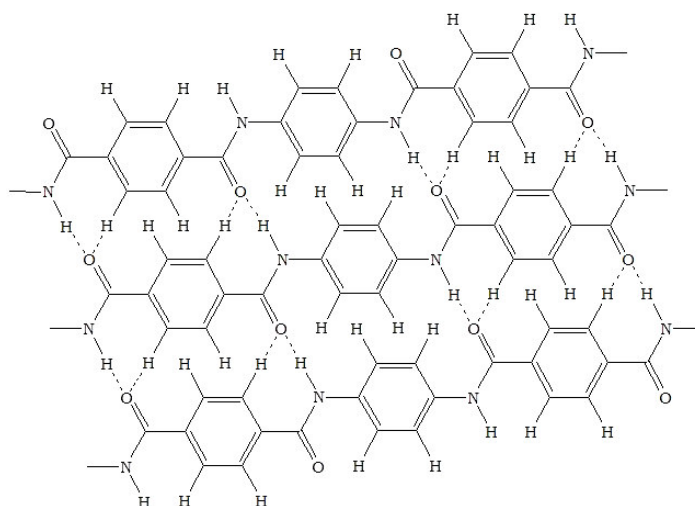
Kevlar



Patří do skupiny vláken s vysokou pevností a tuhostí, s plně napřímeným řetězcem. Jsou to vlákna na bázi aromatického polyamidu (polypara-fenylentereftalamid). Vlivem přítomnosti benzenových jader, které brání

pohyblivosti polymerních segmentů, jsou řetězce aramidů tuhé, což silně omezuje jejich rozpustnost a také způsobuje jejich netavitelnost [9,10, 14]..

Většina aromatických polyamidů degraduje při teplotě T_r před dosažením teploty tání T_m , takže vlákna lze zvláknovat pouze z roztoků obsahujících silná anorganická rozpouštědla nebo koncentrované anorganické kyseliny.



Tuhé, neohebné polymerní molekuly jsou napřímány ve směru rovnoběžném s osou vlákna. Molekuly vytvářejí tuhé, rovinné vrstvy. Molekulové řetězce jsou vázány vodíkovými můstky, vrstvy jsou uspořádány nad sebou, vykazují krystalické uspořádání a navzájem jsou slabě vázány. Vyrábí se zvláknováním z roztoku a dloužením (systém dry-jet-wet).

Materiál je silně anizotropní. Kevlar má nízkou odolnost vůči axiálnímu tlakovému namáhání a dobrou odolnost vůči vyšším teplotám.

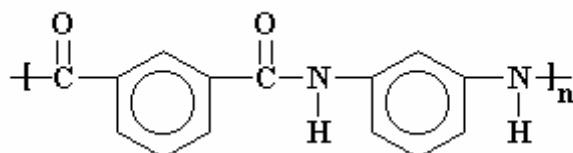
➤ měrná hmotnost	1450	kg / m ³
➤ tažnost	5	%
➤ navlhavost	do 7,6	%
➤ degradace	nad 550	° C
➤ LOI	31	

Vlákno se nejčastěji vyskytuje ve dvou formách:

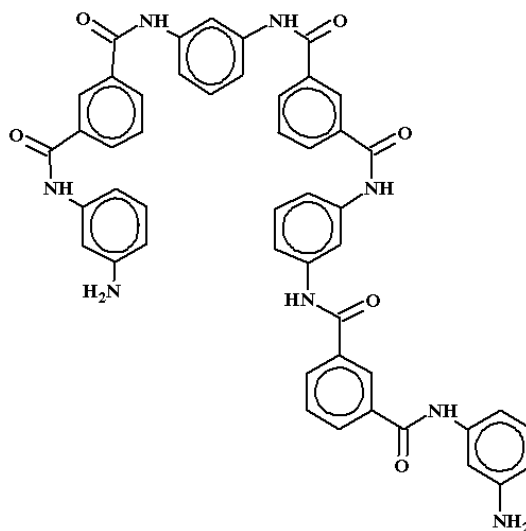
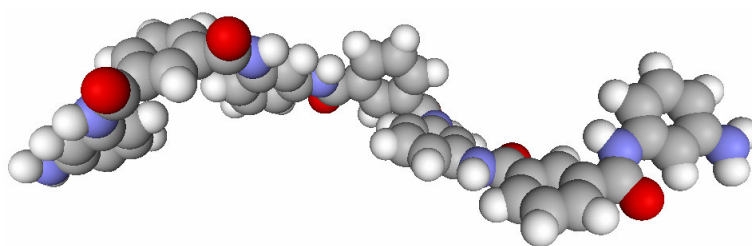
- Kevlar 29 – vysoká pevnost, střední modul
- Kevlar 49 – vysoká pevnost, vysoký modul

[9,10,14]

Nomex



Vlákna se vyrábějí z polymetafenylizoftalamidu. Při teplotě nad 371 °C se Nomex rychle rozkládá, při 260 °C má ještě 60 % relativní pevnosti měřené při normální teplotě [14].



Vlastnosti Nomexu:

- | | | |
|------------------|------|-------------------|
| ➤ měrná hmotnost | 1380 | kg/m ³ |
| ➤ pevnost v tahu | 700 | MPa |
| ➤ tažnost | 15 | % |

➤ navlhavost	5	%
➤ modul	18	GPa
➤ LOI	28	

Možnosti uplatnění aramidových vláken:

- materiály chránící proti rázům (balistická odolnost)
- materiály chránící proti ostrým předmětům
- ochrana proti působení vysokých teplot [9,10]

2.2.2 Nepolymerní vlákna

▪ UHLÍKOVÁ VLÁKNA

Uhlíková vlákna a uhlíkové textilie nabývají pro své přitažlivé vlastnosti stále většího významu. V nových technologiích textilních kompozitů se často uhlíkových vláken využívá. Jejich vlastnosti určuje jejich struktura. Nejlepších mechanických vlastností nabývají ty struktury uhlíkových vláken, které se blíží struktuře grafitu namáhané ve směru bazálních rovin. Mají velmi nízkou hustotu, vynikající pevnost, vysoký modul, snášejí vysoké teploty, jsou antikorozi, elektricky tepelné vodivá, chemicky odolná. Uhlíková vlákna je název pro vlákna obsahující uhlík v různých modifikacích.

Uhlík

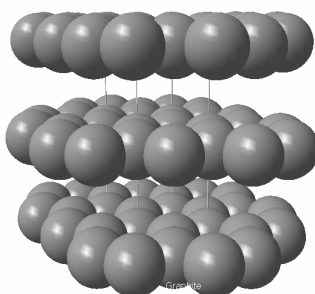
Uhlík se stává v poslední době středem zájmu výzkumu a vývoje, neboť poskytuje materiál s širokým použitím a nevídaného rozsahu. V přírodě se uhlík vyskytuje ve velkém měřítku, ale na zemi se vyskytuje ve dvou přírodních formách - *grafit a diamant* [15].

Uhlík je chemický prvek, tvořící základní stavební kámen všech organických sloučenin a tím i všech živých organismů na této planetě. Prvek patří do IV. skupiny v periodické soustavě prvků a pro vysoké hodnoty ionizační energie nevytváří jednoduché kladně nabitě ionty, ale naopak více či méně polární kovalentní vazby.

Charakteristickou vlastností atomu uhlíku je jeho schopnost vytvářet řetězce. Uhlík je prvek, který existuje v řadě modifikací, od amorfního uhlíku, přes planárně uspořádaný grafit, až ke krystalickému diamantu. Od roku 1985 se k těmto známým modifikacím řadí také uhlíkové nanomateriály (fullereny a nanotuby) [15, 16].

Grafit

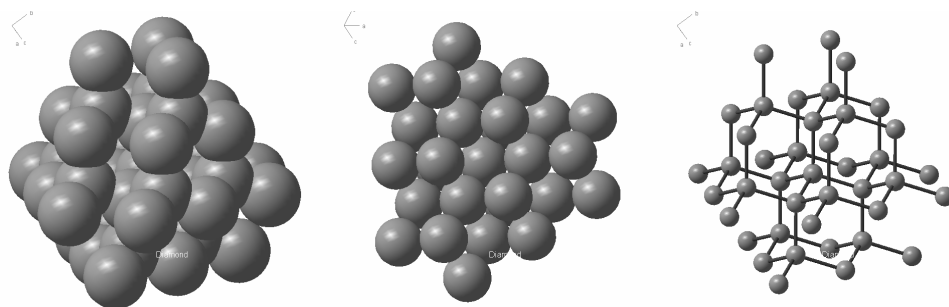
Je tvořen uhlíkem krystalizujícím v šesterečné soustavě a je silně anizotropický. Patří mezi nejměkčí známé nerosty. Atomy uhlíku jsou v každé vrstvě grafitu vázány silnými kovalentními vazbami (obr.7), zatímco mezi jednotlivými rovinami působí jen slabé Van der Waalsovy vazby a proto dochází při tření k vzájemnému posunu těchto rovin [17].



Obrázek 7: Uspořádání uhlíkových atomů ve struktuře grafitu.

Diamant

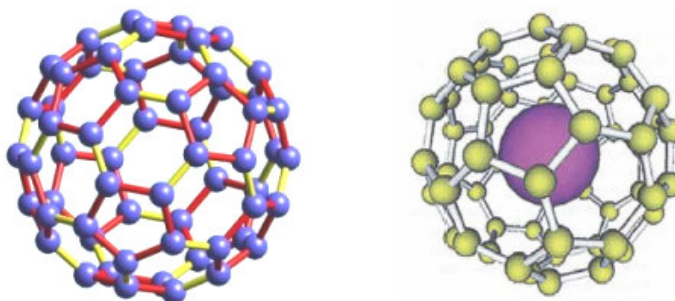
Diamant je tvořen uhlíkem krystalizujícím v krychlové soustavě a je nejtvrdším a velmi cenným přírodním nerostem. Atomy uhlíku jsou spojeny kovalentními vazbami, vzdálenost mezi sousedními atomy je stejná (obr. 8). V této přísné síti se atomy nemohou pohybovat, což vysvětluje tvrdost diamantu a jejich vysoký bod tání [17].



Obrázek 8: Uspořádání uhlíkových atomů ve struktuře diamantu.

Fullereny

Fullereny jsou látky tvořené molekulami složenými z dvaceti a více atomů uhlíku, uspořádaných do pěti nebo šestičlenných kruhů (obr.9). Prostorově jsou tyto molekuly uspořádány do kulovitého tvaru a jsou mimořádně odolné vůči vnějším fyzikální vlivům. Fullereny se využívají v celé řadě oborů - mikroelektronika, chemie, optika, kosmetika, atd. Nejznámější z fulletenů je molekula C_{60} , která má ve srovnání s ostatními nejdokonalejší kulovitý tvar. Za objev a studium vlastností fullerenů byla v roce 1996 udělena Nobelova cena *Robertu F. Curlvi, Richardu E. Smalleymu a Haroldu W. Krotoovi*.



Obrázek 9: Fullereny. Převzato z [19].

Zvýšením počtu atomů uhlíku vznikají složitější fullerénové struktury. Za určitých podmínek vytvářejí fullereny krystalické struktury, ve kterých dochází k uspořádání molekul ve vrstvách a jejich ukládání na sebe – *fullerity* [18].

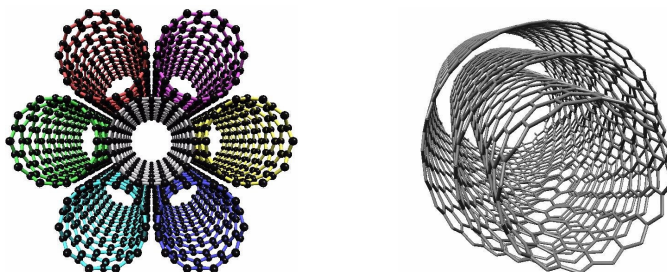
Existuje několik možných způsobů, jak fullereny laboratorně připravit: např. pomocí laseru, výbojem elektrického oblouku, aj. Fullereny se nacházejí také v přírodě, ale oproti uměle získaným fullerenům je to zanedbatelné množství.

Uhlíkové nanotuby

Uhlíkové nanotuba je samostatná molekula tvořená hexagonální mřížkou, jejíž atomy jsou vzájemně spojené kovalentními vazbami. Hexagonální mřížka je srolována do válce a ukončena do špičky, nebo polokoulemi fullerenů, nebo zakončené nejsou (obr.10). Průměr nanotub se pohybuje řádově v rozmezí nanometrů, délka v mikrometrech.

Rozdělení uhlíkových nanotub podle struktury:

- Jednostěnné (SWNT - Singlewall nanotubes)
- Vícetěnné (MWNT - Multiwall nanotubes)



Obrázek 10: Uhlíkové nanotuby. Převzato z [21].

Uhlíkové nanotuby je možné vyrobit několika způsoby, které se liší ve způsobu dodávání potřebné energie, např.: laser, elektrický oblouk, solární ohřev, aj.

Perspektiva jejich využití se nabízí např. při výrobě velmi pevných a zároveň lehkých kompozitních materiálů a tkanin, v elektronice při výrobě mimořádně malých tranzistorů, jako ideálního materiálu pro uchovávání čistého vodíku pro palivové články aj. [20].

Uhlíková vlákna

Jak již bylo zmíněno, uhlíková vlákna jsou vlákna s vysokým obsahem elementárního uhlíku v řetězci makromolekuly. Tato vlákna v závislosti na způsobu výroby umožňují široké pole využití.

První vlákno (o průměru 1 mm) bylo vyrobeno již v roce 1879 podle patentu *T. A. Edisona* z bavlněného vlákna pro první žárovku, vlákno menšího průměru z celulóзовých vláken v roce 1883 podle patentu *J. W. Swana*. Po nahrazení uhlíkových vláken v žárovkách wolframovými byl vývoj a výroba uhlíkových vláken ukončen až do konce padesátých let, kdy rozvoji nových špičkových technologií začal bránit nedostatek vhodných materiálů. Uhlíkové whiskery (laboratorně vyrobené při teplotě 3600 °C a tlaku 9,3 MPa) poprvé ukázaly neobyčejné pevnosti a moduly tohoto materiálu [22].

V současné době je z polyakrylonitrilu nebo ze smol ročně vyráběno několik tisíc tun uhlíkových vláken a díky svým specifickým vlastnostem nabývají stále většího významu, zejména jako důležitá součást moderních kompozitů.

Oblast použití uhlíkových vláken:

- Konstrukce špičkových kompozitů
- Lékařství
- Textilní průmysl
- Stavebnictví
- Elektrotechnika
- Automobilový průmysl aj.

Výhodou uhlíkových vláken je nejen velká pevnost a vysoký modul, malá objemová hmotnost a vysoká chemická odolnost, ale i neměnnost vlastností až do vysokých teplot, kdy ostatní materiály původní vlastnosti zcela ztrácejí.

Uhlíková vlákna jsou anorganická vlákna, která jsou výsledkem kontrolované pyrolýzy vhodných prekurzorů. Nejběžnějšími výchozími materiály (prekurzory) pro výrobu uhlíkových vláken jsou:

- **PAN (polyakrylonitrilová vlákna)** - tento materiál je používán nejčastěji a s nejlepšími výsledky, princip výroby uhlíkových spočívá ve zvláknění PAN, stabilizaci a následné karbonizaci. Pro zvýšení obsahu uhlíku se provádí ještě grafitizace. Výtěžek uhlíkových vláken je 45-50 %, vlákna jsou charakteristické vysokou pevností v tahu.
- **Viskóзовá vlákna** - vlákna se vyrábějí chemickou předúpravou (nehořlavá úprava) viskóзовých vláken, následuje oxidace, karbonizace, grafitizace. Výtěžek vláken je pouze 20-25 %, patří mezi uhlíková vlákna s nižším modulem pružnosti.
- **Vlákna ze smol** - vlákna ze smol představují lacinou surovinu pro výrobu uhlíkových vláken, používají se smoly z petrolejového asfaltu, uhelného dehtu a PVC (tepelně degradovaného). Tepelným zpracováním vzniká termoplastická

mesofázová smola, která se dále zvlákňuje. Při následné oxidaci vzniká zesíťení. Grafitizací vláken z mesofázových smol při 300 °C dochází k velkému zvýšení počátečního modulu (až na 700 GPa), ale pevnost zůstává.

- ***Vlákna získaná růstem uhlíku z plynné fáze*** - např. whiskery, principem je rozklad uhlovodíku na roztavené kapce katalyzátoru při teplotách nad 1000 °C. Atomy uhlíku difundují přes kapku katalyzátoru a ukládají se v hexagonálních planárních vrstvách a vznikají vlákna. Tepelným zpracováním dochází při 3000 °C k extrémnímu uspořádání struktury. Tato vlákna vynikají zlepšenou tepelnou vodivostí [23].

Aramidová vlákna jako prekurzor pro aktivní uhlíková vlákna

Použití polymerů jako výchozího materiálu pro výrobu uhlíkových vláken ukázal v posledních letech v tomto poli množství nových pohledů. Aktivní uhlíkové vlákno představuje zvláštní typ aktivního uhlíku specifických vlastností, jak ukázala adsorpce ve srovnání s práškovým nebo granulovaným aktivním uhlíkem.

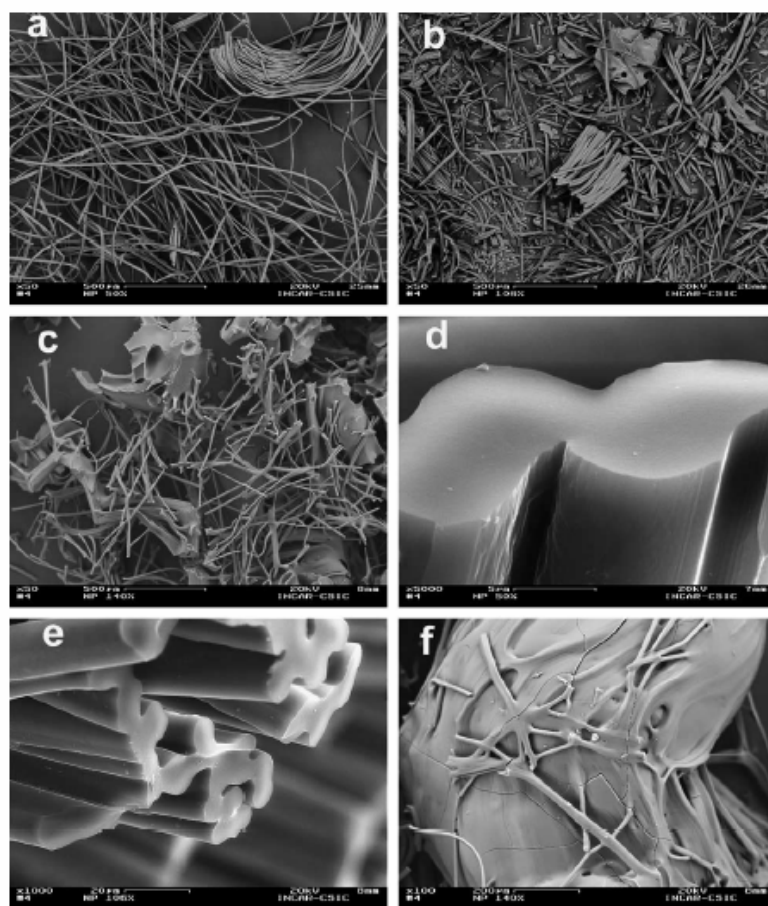
Freeman a kol. jako první zkoumali využití Kevlaru a Nomexu jako prekurzoru pro výrobu uhlíkových vláken. V aktuální práci je zkoumán účinek teploty a doby ohřevu na vývoj pórovité struktury uhlíkových vláken.. Aktivní uhlíková vlákna byla získána z těchto dvou polymerů fyzikální nebo chemickou aktivací, a následnou pyrolýzou za přítomnosti malého množství H_3PO_4 . Bez ohledu na podmínky použité aktivace, získaná vlákna ukázaly výjimečné rozložení mikropórů, které je dělá velmi atraktivními pro výrobu uhlíkových molekulových sítí, buď přímo nebo po nanesení chemikálií. Chemická aktivace pro přípravu uhlíkových vláken je uskutečněna v jednom kroku tepelného zpracování za přítomnosti přidané chemikálie. Kromě její jednoduchosti má chemická aktivace vyšší výnos uhlíku než aktivace fyzikální.

Jeden z nejběžnějších užívaných činitelů pro chemickou aktivaci různých prekurzorů, zvláště pak celulózy, nebo polymeru, je kyselina fosforečná.

Jako výchozí materiál pro pokus byl použit Nomex ve formě kabelu, jemnost vláken 2,2 dtex. Nasycení chemickým aktivačním činidlem bylo provedeno v otáčivém

odpařovači za použití 10g Nomexu a 200 ml vodného roztoku H_3PO_4 . Teplota byla zvyšována do té doby, než došlo ke kompletnímu odpaření vody (tento postup trval 6 hodin). Takto naimpregnovaný materiál byl umístěn přes noc ve vakuové peci při teplotě 110 °C. K další práci byl vybrán vzorek, jehož procento nasycení bylo 75 obj. %, účinek tohoto parametru je založen na výsledcích předchozích prací.

Procento nasycení (definované jako hmotnost zvětšená po nasycení/počáteční hmotnost vzorku) má veliký vliv na pórovitost struktury uhlíkových vláken. Jak ukázaly snímky SEM (obr. 11), vlákna zůstávají mikropórezní i po vyšším procentu nasycení, ale morfologie vláken je ztracena.



Obrázek 11: SEM - Účinek procenta nasycení H_3PO_4 na morfologii vláken (a,d- 50 obj. %, b,e -106 obj. %, c,f - 140 obj. %). Převzato z [24].

Aktivace 3g naimpregnovaného Nomexu byla provedena v U-profilovém reaktoru (tok-Ar (99,999% čistý) 50 cm³/min, rychlost teploty 10 °C/min) do té doby, než bylo dosaženo maximální teploty. Po jejím dosažení (a případné výdrži na této teplotě) byly vzorky rychle chlazeny na pokojovou teplotu. Účinek teplotní aktivace byl studován přípravou materiálů zahrnující rozmezí mezi 400 a 950 °C. Účinek doby ohřevu byl odhadnut a to od 0 do 5 hodin (v rozmezí 0,5 hodiny při 700 °C). Po ukončení aktivace byly vzorky vyprány ve ždímači, aby se odstranily všechny aktivační činidla a/nebo jeho rozkládané produkty [24].

Obecný postup výroby uhlíkových vláken se skládá z těchto fází:

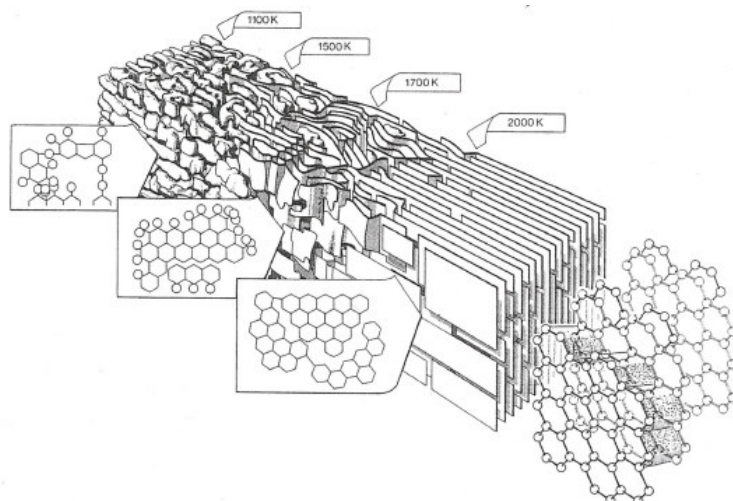
- I. ***Příprava prekurzoru*** - tj. příprava vlákna, provádí se buď tavným zvlákňováním nebo zvlákňováním z roztoku. Struktura prekurzoru, zejména orientace, se promítá do struktury a pevnosti uhlíkových vláken.
- II. ***Nízkoteplotní oxidace a stabilizace*** - tato fáze vede k netavitelnému zesítní struktury, provádí se na vzduchu zahřátím na poměrně nízkých teplotách v rozmezí 200-450 °C.
- III. ***Karbonizace*** - tj. převedení na uhlíková vlákna, provádí se v inertním prostředí (nejčastěji dusíková atmosféra) při teplotách v rozmezí 1000-1500 °C.
- IV. ***Grafitizace*** - provádí se pro zvýšení obsahu uhlíku, proces probíhá rovněž v inertním prostředí (nejčastěji dusíková atmosféra) při teplotách v rozmezí 1800-3000 °C [10].

Podle podílu uhlíku ve výsledné struktuře lze uhlíková vlákna rozdělit na:

- ***Karbonizovaná vlákna*** - obsah uhlíku 91 - 95 %
- ***Grafitová vlákna*** - obsah uhlíku nad 99 %

Karbonizovaná vlákna mají oproti grafitovým spolu s nižším obsahem uhlíku nižší hustotu, větší povrch, vyšší elektrický odpor, nižší tepelnou vodivost a mají větší

tendenci adsorbovat vlhkost. Na obr. 12 je zobrazen model uspořádání struktury obecného materiálu v rozsahu teplot karbonizace 1100 K-2000 K.



Obrázek 12: Model uspořádání struktury obecného materiálu. Převzato z [10].

Rozdělení uhlíkových vláken podle mechanických vlastností:

- ***Vysokopevná karbonová vlákna (HT)*** - vyrábějí se převážně PAN prekurzorů, mají nejširší možnosti využití.
Parametry vláken: pevnost 4-7 GPa, modul pružnosti 200-300 GPa.
- ***Vysokomodulová grafitová vlákna (HM)*** - vyrábějí se z PAN prekurzoru a mesofázových smol.
Parametry vláken: pevnost 1,8 - 4 GPa, modul pružnosti 300-800
- ***Vlákna se středním modulem (IM)*** - vyrábějí se z PAN prekurzoru.
Parametry vláken: pevnost 5,5 GPa, modul pružnosti 300 GPa
- ***Nízkomodulová vlákna (LM)*** - jsou nejlevnějším typem vláken, vyrábějí se z izotropních smol, používají se hlavně jako izolace a těsnění [10, 25].

2.3 Karbonizace textilií

Karbonizace prováděna na netajícím prekurzoru uchovává jeho tvar. To umožňuje získat nejenom vlákna, ale i také uhlíkové plsti nebo textilie. Takto získané tkaniny a textilie mají jen průměrné mechanické vlastnosti, avšak nalézají již řadu uplatnění. Zatímco karbonizace plošných textilií se dnes stává již běžnou, výroba karbonizovaných objemných struktur je jen okrajovou záležitostí a není tak rozšířená. Pokud chtějí výrobci docílit objemnosti materiálu, je používána metoda vrstvení plošných karbonizovaných textilií nebo oxidovaných textilií s následnou pyrolýzou [26].

Jedna z metod výroby uhlíkových tkanin spočívá v utkání žádané tkaninové konstrukce z příze z oxidovaných PAN vláken a následné pyrolýzy do žádané formy uhlíku. Takto vyráběné tkaniny jsou málo kvalitní (mají malou pevnost) v důsledku obtíží v zavedení potřebného napětí během výroby.

Vhodnější metodou je vyrobit uhlíková vlákna (a příze nebo provazce) při nižší teplotě a potom teprve utkat žádanou tkaninu a dokončit pyrolýzu již bez napětí. Skutečnost, že vlákna z dehtů a smol nejsou vyráběna pod napětím, umožňuje vyrobit levné a kvalitní uhlíkové tkaniny tak, že se utkají z termosetovaných vláken (po oxidaci) a teprve potom probíhá grafitizace při požadované teplotě [27].

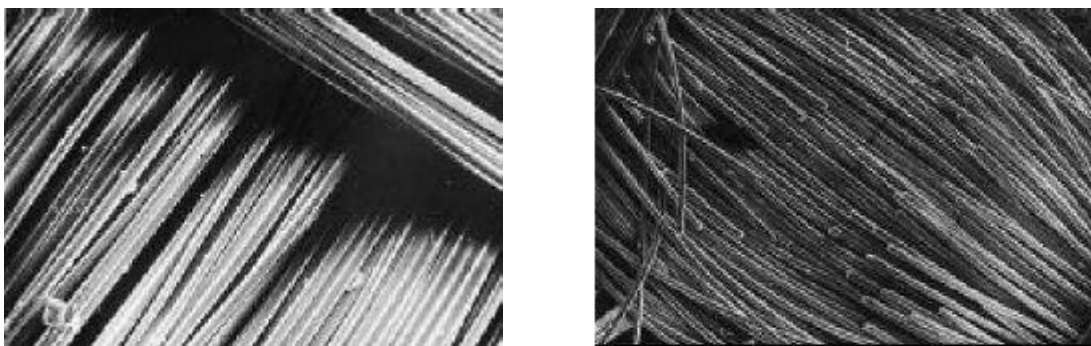
Jedna z metod přípravy karbonizované dvojrozměrné textilní struktury spočívá v zahřívání textilie (plošná hmotnost od 120 g/m²) laserem. Textilie je připravená z oxidovaných vláken a mechanicky zpevněna. Struktura je pak zahřívána po sloupcích nebo řádcích laserovým paprskem, maximální výkon laseru 1000 W, průměr jednoho laserového svazku 14 mm. Laser se pohybuje 2 mm nad povrchem textilie rychlostí 4 m/s a přiváděný vzduch a vzrůstající teplota zvyšuje výkon procesu. Ztráta hmotnosti textilie karbonizované laserem činí asi 50 % [28].

Důležitým hlediskem přípravy uhlíkových vláken je jejich porozita, neboť textilie získané karbonizací a aktivací vhodného prekurzoru mají vynikající adsorpční vlastnosti. Aktivované uhlíkové tkaniny jsou díky své mikroporézní struktuře velice výjimečný materiál, který nalézá své uplatnění v medicíně (ochranné respirátory, filtry), v armádě (ochrana proti atomovým, biologickým a chemickým zbraním). Nejběžnějším materiálem pro přípravu aktivované uhlíkové tkaniny je viskózní hedvábí [29].

Viskózové hedvábí jako prekurzor uhlíkového materiálu

Gurudat a kol. ve své práci vytvořili uhlíkový materiál, kde jako prekurzor použili textilií s viskózového hedvábí o plošné hmotnosti 300 g/m^2 . Textilie byla aktivována ve vodném roztoku složeného z 3 % Zn Cl_2 , 3 % $\text{NH}_4 \text{ Cl}$, a 3 % AlCl_3 . Vzorky byly ponořeny v roztoku po různě dlouhou dobu při teplotě 90°C . Poté se vzorky 12 hodin sušily při teplotě 125°C . Karbonizace proběhla v peci za přístupu CO_2 . Teplotní režim byl $1,5^\circ\text{C/min}$ do 130°C , $2,5^\circ\text{C/min}$ do 320°C a $3,3^\circ\text{C/min}$ do dosažení požadované teploty aktivace.

Na základě výsledků získaných z DSC, TGA, SEM bylo zjištěno, že přidavkem aditiv chloridu se zvětšuje mechanická pevnost materiálu, zvyšuje se ztráta hmotnosti, a zvětšil se měrný makropovrch vláken [30].



Obrázek 13: SEM snímky viskózové a uhlíkové tkaniny. Převzato z [30].

3. Vybrané zkušební metody

3.1 Stanovení objemové hmotnosti ČSN 80 0845

Objemová hmotnost jednotlivého vzorku se vyjadřuje v kg/m³ a vypočte se podle vzorce:

$$m_v = \frac{m}{(L * W * d)} \quad (2)$$

m - hmotnost jednotlivého vzorku [kg]

L - délka vzorku [m]

W - šířka vzorku [m]

D - tloušťka vzorku [m]

[31]

3.2 Stanovení tloušťky ČSN 80 0844

Tloušťka plošné textilie v mm - vzdálenost mezi lícovou a rubovou stranou plošné textilie, nacházející se mezi dvěma rovnoběžnými destičkami pod stanoveným tlakem [32].

K měření byl použit přístroj UNI-THICKNESS-METER, který je k dispozici na katedře textilních materiálů (obr. 14). Vzorky byly proměřeny náhodně po celé ploše. Výsledná hodnota vznikla zprůměrováním naměřených hodnot. U kolmo kladených vzorků bylo k měření tloušťky materiálu použito také posuvného měřítka.

Stlačitelnost

Na tomto přístroji byla měřena také stlačitelnost objemné textilie. Zkouška spočívá ve změření vzdálenosti mezi dvěma rovnoběžnými destičkami, dotýkající se vzorku textilie během stanovené doby a pod daným tlakem.

$$z_i = \frac{t_{1i} - t_{2i}}{\log p_2 - \log p_1} \quad [\text{mm}] \quad (3)$$

Podmínka měření:

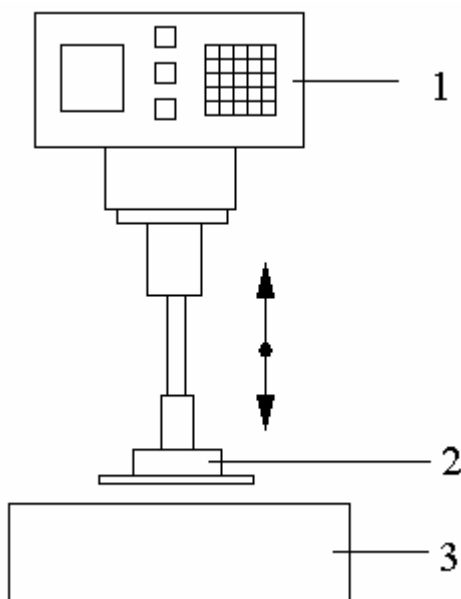
P_150 g/1000 m²

P_2500 g/1000 m² $P_1 < P_2$

t_1hodnota tloušťky materiálu při tlaku P_1

t_2hodnota tloušťky materiálu při tlaku P_2

[33]



Obrázek 14: *Tloušťkoměr*

1-ovládací panel, 2- přítlačná čelist, 3- spodní nosná deska

3.3 Testování hořlavosti - Zápalný test DIN 51 961

Zkouška hořlavost spočívá v působení plamene na textilií po dobu 30 sekund. Po celou dobu zkoušky sledujeme chování textilie a zda v tomto intervalu dojde ke vzplanutí materiálu a zda materiál hoří i po oddálení plamene [34].

4. Statistické charakteristiky

Charakteristiky polohy a variability byly využity pro vyhodnocení naměřených dat.

4.1 Charakteristika polohy

Tato poloha udává střed (úroveň) celé skupiny, kolem kterého všechny hodnoty kolísají.

Aritmetický průměr \bar{x}

Je definován jako součet všech hodnot znaku dělený jejich počtem. Vyjádřeno vzorcem:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (4)$$

4.2 Charakteristiky variability

Udávají koncentraci nebo rozptýlení (variabilitu) hodnot, kolem zvoleného středu skupiny.

Rozptyl s^2

Je definován jako součet kvadratických odchylek od průměru dělený rozsahem výběru zmenšeným o hodnotu 1. Vyjádřeno vzorcem:

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \quad (5)$$

Směrodatná odchylka s

Je vyjádřen jako odmocnina rozptylu, používá se pro charakterizování variability. Rozptyl a směrodatná odchylka (jeho druhá mocnina) je kritérium, které nám určuje věrohodnost průměru. Malé hodnoty rozptylu zvyšují význam průměru, velké hodnoty znamenají, že hodnoty znaku mají vysokou variabilitu.

Variační koeficient v

Je definován jako podíl směrodatné odchylky a průměru a slouží k měření relativní variability. Vyjádřeno vzorcem:

$$v = \frac{s}{\bar{x}} * 100 \quad [\%] \quad (6)$$

[35]

Experimentální část

4. Plán experimentu

1. Příprava vlákenné suroviny, příprava vlákenné vrstvy a výroba kolmo kladené objemné struktury
2. Zpevnění objemné struktury
3. Příprava vzorků a jejich úprava (stříhání, řezání, odstranění lubrikace, nehořlavá úprava)
4. Stabilizace a karbonizace vzorků objemných netkaných textilií
5. Testování stlačitelnosti objemné textilie a sledování změn struktury vzorků na rastrovacím elektronovém mikroskopu
6. Vyhodnocení výsledků měření a návrh možnosti aplikace výrobků

4.1 Příprava vláknenné vrstvy z příčně kladené pavučiny

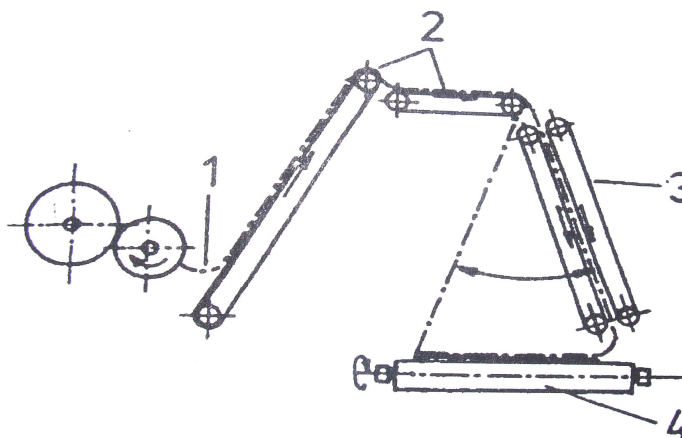
4.1.1 Popis technologie výroby vláknenné pavučiny

Výrobní linka pro přípravu vláknenné vrstvy se skládá z vlnařského mykacího stroje, vertikálního kladeče a vpichovacího stroje (obr.15).



Obrázek 15: Výrobní linka pro přípravu vláknenné vrstvy. Převzato z [35].

Základem vlnařského mykacího stroje je soustava válců opatřených drátkovými nebo pilkovými pracovními povlaky. Aby se docílilo vyšší plošné hmotností, je vláknenná pavučina, která vystupuje z mykacího stroje, dále vrstvena. K vrstvení vláknenné pavučiny byl použit výkyvný vertikální kladeč (obr. 16), který se skládá z přívodu dopravníku pavučiny a dvojice společně výkyvných pásů, ukládajících pavučinu do vláknenné vrstvy, složené ze šikmých skladů na odváděcím dopravníku.

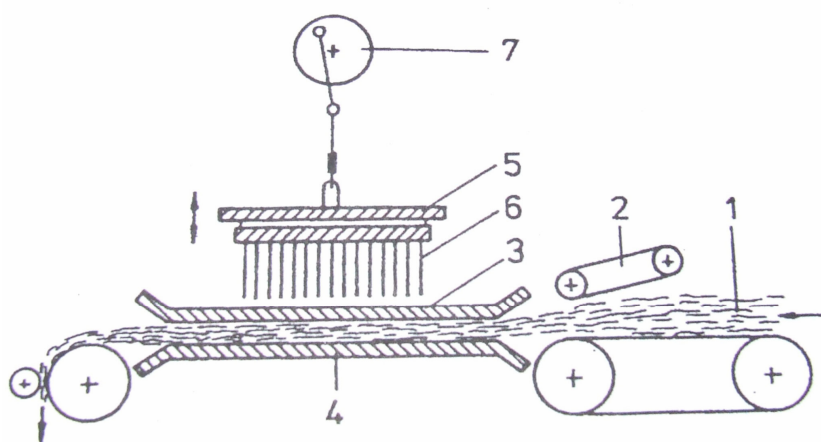


Obrázek 16: Schéma vertikálního kladeče pavučiny. Převzato z [1].

1- pavučina z mykacího stroje, 2- přiváděcí dopravníky, 3- dvojice výkyvných kladečích pásů, 4- odváděcí dopravník

Úhel křížení pavučiny v příčně vrstveném vlákenném rounu je dán rychlostí pohybu ukládacího pásu a odváděcího pásu. Plošná hmotnost vytvořeného rouna závisí na plošné hmotnosti přiváděné pavučiny, její postupné rychlosti, šířce vytvářeného rouna a rychlosti jeho odvodu.

Takto vytvořené rouno je dále zpevněno pomocí vpichovacího stroje. Podstatou vpichování je provazování vlákenné vrstvy svazky vláken, vzniklými přeorientací částí vláken účinkem průniku jehel s ostny. V průběhu vpichování dochází k podstatné redukci tloušťky vlákenné vrstvy, k výrazné přeorientaci všech vláken a ke změnám délky i šířky útvaru. Princip vpichovacího stroje je uveden na obr. 17 [1].



Obrázek 17: Vpichovací stroj. Převzato z [1].

1-vlákenná vrstva, 2-vstupní ústrojí, 3-stěrací rošt, 4-opěrný rošt, 5-jehelná deska, 6-vpichovací jehla, 7-pohon jehelné desky

Parametry výrobních strojů:

Při výrobě vlákenných vrstev byly použity tyto stroje, jejichž parametry byly nastaveny na uvedené hodnoty:

➤ válcový mykací stroj

▪ navážka materiálu	60	g
▪ vstupní rychlost dopravníku	0,9	m / min
▪ rychlost snímacího válce	0,7	m / min
▪ výstupní rychlost	0,4	m / min

➤ *vpichovací stroj HANSA*

- hloubka vpichu 8 mm
- frekvence vpichování 200 ot / min
- přiváděcí rychlost dopravníku 0,3 m / min
- odváděcí rychlost dopravníku 0,4 m / min
- typ jehel 15x18x32x3,5RB

Vláknenné vrstvy, u nichž byly jako výchozí suroviny použity vlákna Kynol a Basofil, se ukázaly jako velice jemné a při kolmém kladení těchto vláknenných vrstev se nedosahovalo potřebných vlastností charakteristických pro objemné struktury. Proto byly tyto vláknenné vrstvy zdvojeny a vpíchnuty dohromady. Hloubka vpichu při průchodu vpichovacím strojem byla 7 mm.

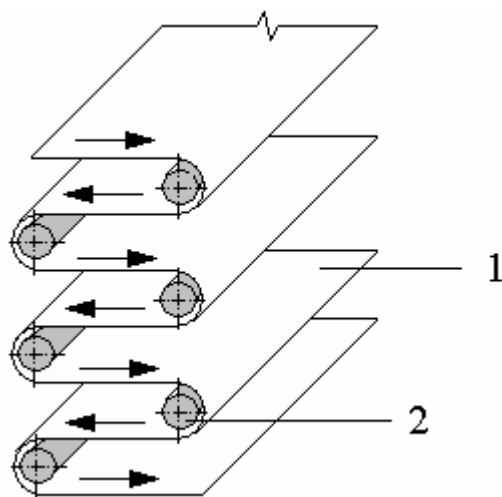
4.2 Výroba objemných struktur kolmým kladením

Pracovní postup výroby objemných, kolmo kladených netkaných textilií zahrnuje přípravu vláknenné suroviny a přípravu vláknenné vrstvy. Vláknenná vrstva se pak dále vrství operací kolmého kladení a takto vytvořená objemná struktura se zpevní.

V této práci byla objemná textilie vyrobena pomocí zařízení, které pracuje na principu ručního kolmého kladení vláknenné vrstvy. Toto zařízení se skládá z pevného kovového rámu a kovových drátů (jehlic).

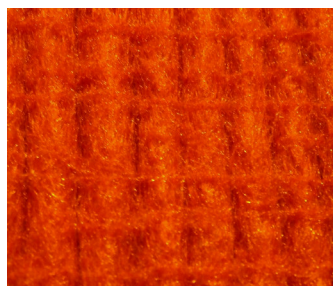
4.2.1 Princip výroby objemné struktury

Vláknenná vrstva je postupně proplétána mezi kovové dráty (obr.18), které se s přibývajícím plochou textilie upevňují do zářezů po stranách kovového rámu. Při kladení je velmi důležité zajistit stejnoměrné napětí při proplétání vrstvy. Pokud není tato podmínka splněna, dochází ke značnému kolísání tloušťky objemné struktury. Další nevýhodou tohoto způsobu kladení je omezená výrobnost, která je závislá na velikosti kovového rámu.

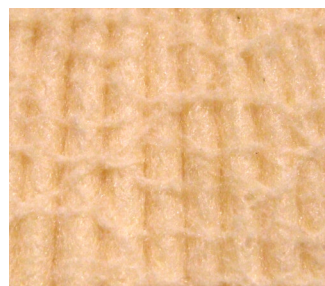


Obrázek 18: *Schéma proplétání vlákenné vrstvy mezi kovové dráty*
1-vlákenná vrstva, 2-kovový drát

Takto připravená objemná textilie byla mechanicky zpevněna. Princip mechanického zpevňování byl popsán v kapitole 1.3.1. Vlákná vyčnívající z povrchu vlákenné vrstvy jsou zachycena pracovním elementem, který rotuje nad textilií, vlákna se navzájem zaplétají a zakrucují a vytvářejí tzv. kvazi-příze na povrchu vlákenného útvaru (obr.19).



Kynol



Basofil

Obrázek 19: *Kvazi-příze na povrchu vlákenné vrstvy*

Po mechanickém zpevnění vrstvy pomocí kvazi-přízí odstraníme kovové dráty z rámu a získanou objemnou textilií stlačujeme a opět mechanicky zpevňujeme, abychom docílili přibližně stejné objemové hmotnosti (cca 33 kg/m³) u všech objemných struktur (tab. 1).

Vláknenný materiál	Kynol	Basofil	Kevlar	Nomex	Viskóza
Plošná hmotnost vláknenné vrstvy $m_s [g/m^2]$	717,50	884,50	554,00	423,00	536,00
Objemová hmotnost struktury $m_v [kg/m^3]$	31,45	35,42	33,20	32,27	33,15

Tabulka 1: Přehled plošných a objemových hmotností

4.3 Materiál pro výrobu vláknenných vrstev

Pro přípravu vláknenných vrstev z příčně kladené pavučiny byla použita tato vlákna: Kynol, Basofil, Kevlar, Nomex, Viskóza. Základní charakteristiky těchto vláken jsou uvedeny v tabulce 2.

Vláknenný materiál	Kynol	Basofil	Kevlar	Nomex	Viskóza
Měrná hmotnost $[kg/m^3]$	1270	1400	1450	1380	1520
Navlhavost $[%]$	6-7	5	7,6	5	27
Tažnost $[%]$	30-60	15-20	5	15	15
Tepelná degradace $[°C]$	nad 370	nad 370	nad 550	nad 371	nad 190
LOI	33	32	31	30	18
Jemnost vláken $[dtex]$	2,5	2,2	3,5	2,2	6,7
Délka vláken $[mm]$	60	50	50	60	60
Průměr vláken* $[μm]$	19,74	13,07	14,87	13,94	20,27

Tabulka 2: Přehled základních vlastností vláken

(* Hodnoty průměrů vláken a jejich vyhodnocení je uvedeno v příloze A)

4.4 Úprava vzorků

Velikost vzorků:

Objemné textilie byly nařezány na vzorky o velikosti 25 mm×60 mm (obr. 20). Tyto rozměry vzorků byly omezeny velikostí vaničky karbonizační pece (25 mm×150 mm), do které se vzorky během karbonizace vkládaly.



Obrázek 20: Úprava vzorku

Odstranění lubrikace a nečistot

Odstranění ochranných prostředků a nečistot nanesených na vláknech se ukázaly jako velmi důležitá operace. Při prvních pokusech stabilizace vzorků v sušárně se po celém povrchu vytvořila vrstva (filtr), zabráňující pronikání horkého vzduchu do celé objemné struktury vzorku. Zejména vzorky viskózy z černaly po obvodu již při teplotě 90 °C, zatímco vlákna uvnitř struktury zůstala beze změny. Proto byly připravené vzorky Viskózy, Nomexu a Kevlaru vyprány v 25 % roztoku Izopropanolu a H₂O, který byl zahřátý na teplotu 70 °C a následně proprány v čisté vodě. Tento proces se opakoval pětkrát pro každý vzorek.

Nehořlavá úprava vzorků

Retardérem hoření pro stabilizaci vzorků byla použita H₃PO₄ a jako ředící roztok voda. Vzorky viskózy byly namočený po dobu jedné hodiny v 5 % H₃PO₄ a po okapání přebytečné tekutiny byly připravené ke stabilizaci.

Tento postup se ukázal nevhodným pro vzorky Kevlaru a Nomexu. Proto byl zvolen postup, kdy vzorky textilií byly vloženy do Petriho misky s 5 % roztokem H₃PO₄. Kapalina v misce dosahovala ¼ výšky vzorků. Poté se miska se vzorky uložila do sušičky, kde se po dobu jedné hodiny teplota udržovala na 110 °C.

U vzorků Kynolu a Basofilu nebyla provedena nehořlavá úprava.

4.5 Stabilizace vzorků

Stabilizace vzorků byla provedena v sušárně, která je umístěna v laboratoři KNT. Maximální dosažitelná teplota sušárny byla 210 °C.

Teplotní režim stabilizace Viskózy (obr. 21)

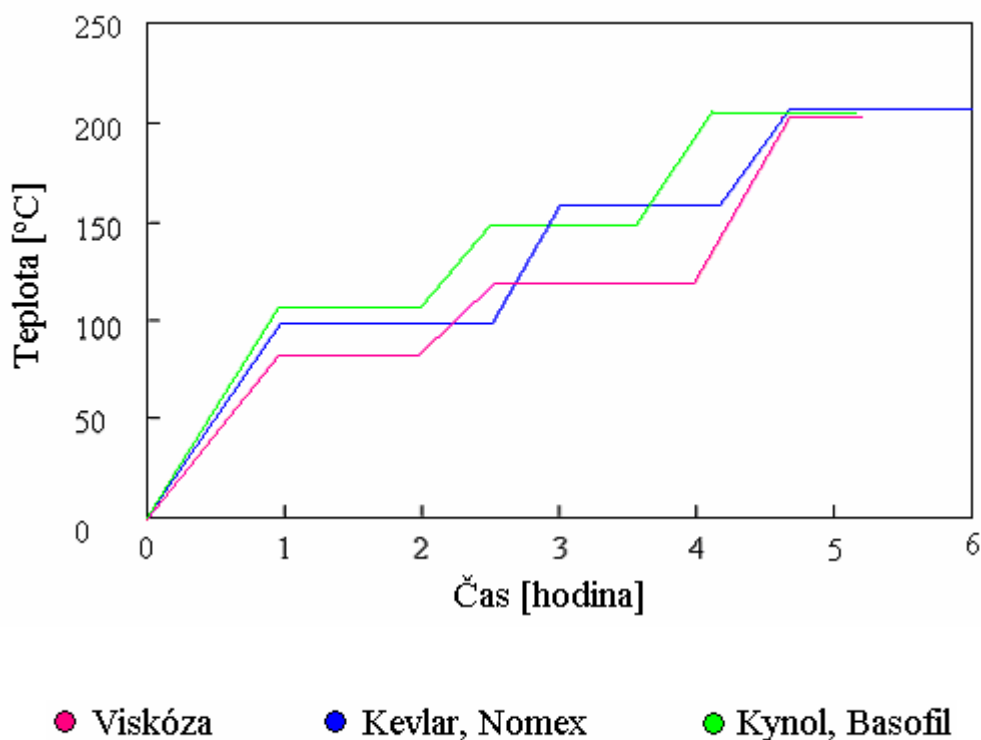
- Ohřev na teplotu 80 °C a výdrž na této teplotě 1 hodinu → ohřev na teplotu 120 °C a výdrž 1,5 hodiny → ohřev na teplotu 210 °C a výdrž 1 hodinu.

Teplotní režim stabilizace Kevlaru a Nomexu (obr. 21)

- Ohřev na teplotu 100 °C a výdrž 1,5 hodiny → ohřev na teplotu 160 °C a výdrž 1,5 hodiny → ohřev na teplotu 210 °C a výdrž 1,5 hodiny.

Teplotní režim stabilizace Kynolu a Basofilu (obr. 21)

- Ohřev na teplotu 110 °C a výdrž 1 hodinu → ohřev na teplotu 150 °C a výdrž 1 hodinu → ohřev na teplotu 210 °C a výdrž 1 hodinu.



Obrázek 21: Teplotní režim stabilizace vzorků

Testování hořlavosti vzorků zápalným testem

Vzorek materiálu byl vystaven plamenu a bylo sledováno chování textílie během působení plamene a zda materiál po jeho odstranění dále hoří. Pokud se textílie během jeho působení netavila, neškvařila a vlákna nevzplály, byl vzorek textílie připraven ke karbonizaci.

4.6 Karbonizace stabilizovaných vzorků

Vzorky stabilizované dle výše uvedeno postupu a teplotního režimu byly karbonizovány v horizontální válcové laboratorní peci v laboratoři KNT.

Horizontální válcová laboratorní pec:

Toto zařízení je vhodné pro tepelné procesy od 300 do 1200 °C. Pec je napájena síťovým střídavým napětím 220 V, 50 Hz. Topným systémem zařízení je drát (Kantal A1, průměr 1,3 mm), který je navinutý na trubici z korundové keramiky o průměru 50 mm. Nastavení různých teplotních režimů (nárůst nebo pokles žádané hodnoty, výdrž na teplotě, nastavení automatického spouštění programu) umožňuje regulátor - MIKROTHERM MT825-A [37].

Do keramické trubice je přiváděn tekutý dusík, jehož průtok je regulován rotametrem (výška vodního sloupce od 0 do 600 ml/min). Vanička pro ukládání vzorků do trubice karbonizační pece byla zhotovena z korundové keramiky a její délka je 15 cm.

Nevýhodou tohoto zařízení je rozdíl teplot mezi vnější a vnitřní stranou keramické trubice. Vnější teplota, která je výchozím údajem pro regulátor, je nižší než teplota uvnitř trubice (tab. 3). Velmi důležité je správné umístění vaničky v trubici (střed délky pece), protože teplota v celé délce keramické trubice není konstantní.

<i>Nastavená teplota [°C]</i>	<i>Teplota v trubici [°C]</i>	<i>Rozdíl teplot [°C]</i>
300	390	70
400	500	100
500	610	110
600	720	120
800	930	130
1000	1150	150

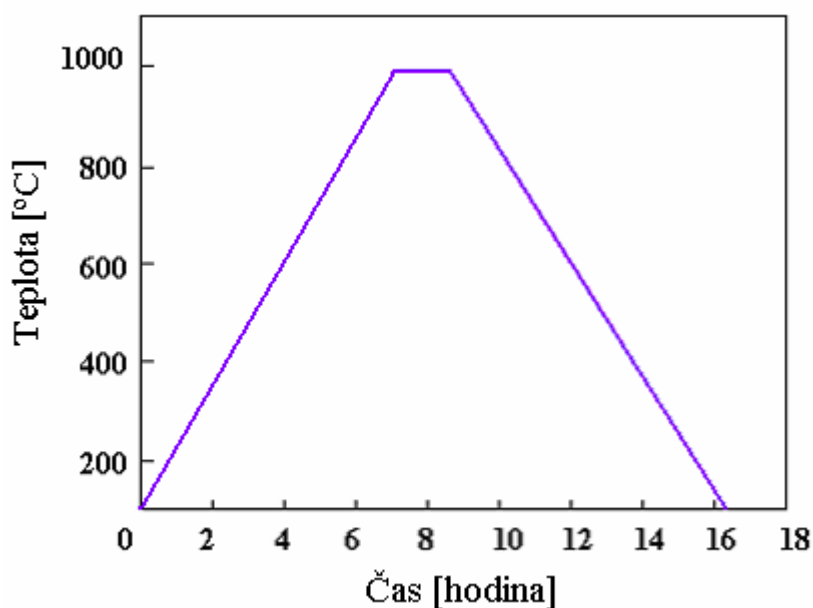
Tabulka 3: *Rozdíl teplot mezi vnější a vnitřní stranou keramické trubice*

Po vložení vaničky se vzorky do pece, uzavření keramické trubice a otevření přívodu dusíku, se rotometr nastaví na své maximum po dobu pěti minut. Tím zajistíme uvnitř trubice inertní atmosféru. Po uplynutí této doby se přívod dusíku snížil na průtok 10 ml/ min a pomocí regulátoru byl spuštěn teplotní režim karbonizace.

Teplotní režim karbonizace vzorků (obr. 22)

Teplotní režim karbonizace byl u všech vzorků zvolen stejně:

- Zahřívání vzorků na teplotu 1000 °C (v dusíkové atmosféře), rychlost ohřevu 2 °C /min, → výdrž na této teplotě 2 hodiny → ochlazování vzorků (v dusíkové atmosféře).



Obrázek 22: Teplotní režim karbonizace vzorků

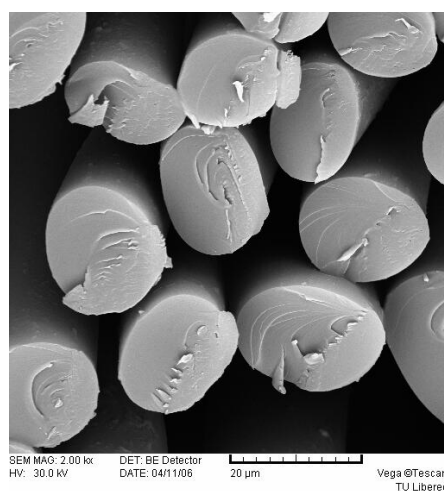
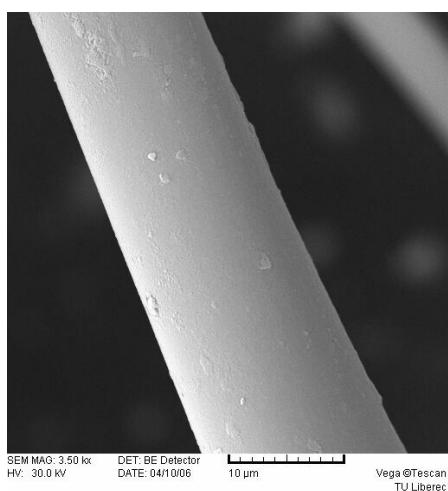
U všech karbonizovaných vzorků byl sledován úbytek jejich hmotnosti a změna jejich tloušťky oproti vzorkům původním, neupraveným (tab. 4).

Na rastrovacím elektronovém mikroskopu bylo sledováno chování vláken a změny v objemných strukturách původního, neupraveného materiálu a vzorků po stabilizaci, karbonizaci a aktivaci. Snímky z REM jsou zobrazeny na obr. 23-48.

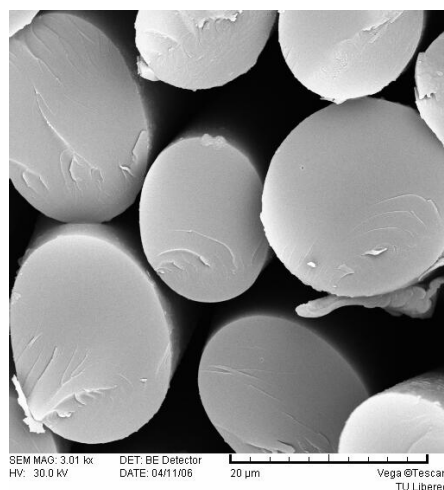
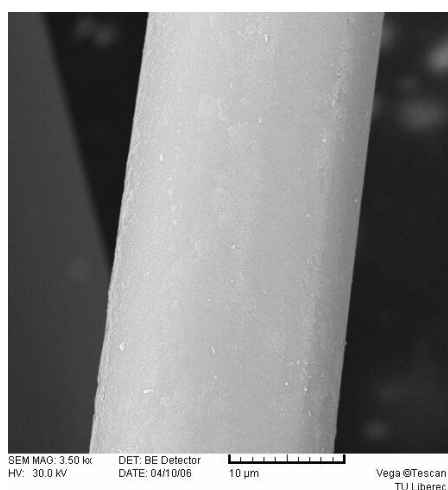
<i>Vláknenný materiál</i>	<i>Kynol</i>	<i>Basofil</i>	<i>Kevlar</i>	<i>Nomex</i>	<i>Viskóza</i>
<i>Průměrná ztráta hmotnosti [%]</i>	45 ± 3	76 ± 2	62 ± 5	45 ± 3	45 ± 2
<i>Průměrný ztráta tloušťky [%]</i>	24 ± 2	26 ± 2	19 ± 2	18 ± 2	51 ± 3

Tabulka 4: Průměrná ztráta hmotnosti a tloušťky vzorků po karbonizaci

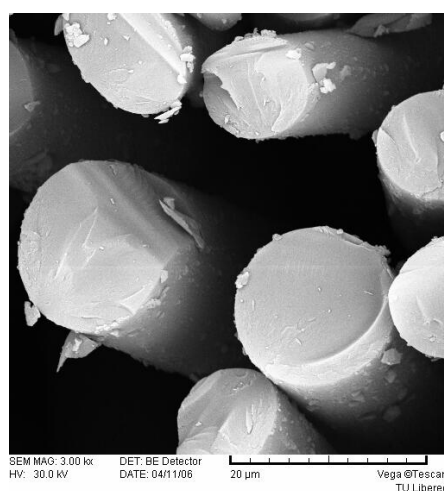
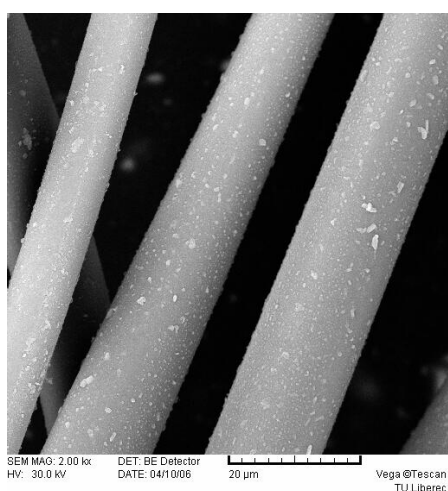
Všechny naměřené hodnoty hmotností a tloušťky materiálu a jejich vyhodnocení jsou uvedeny v příloze B.



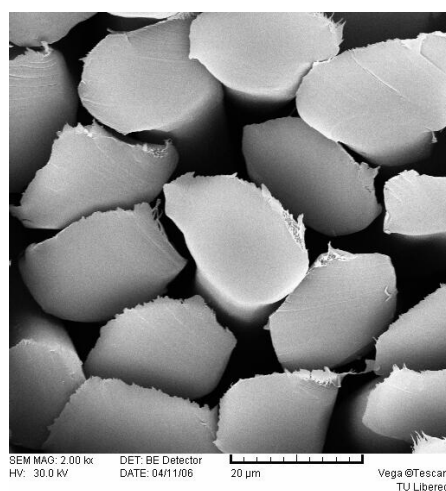
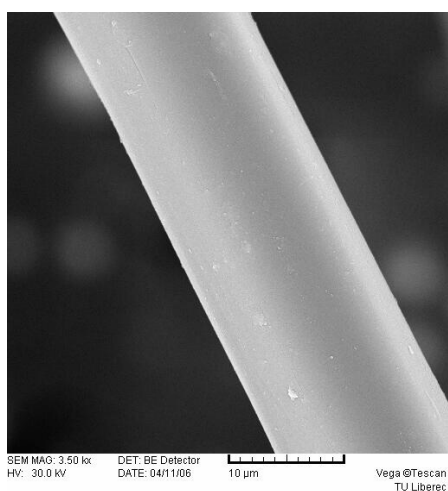
Obrázek 23: REM snímky – Kynol: podélný pohled (zv. 10 μm), řez (zv. 20 μm)



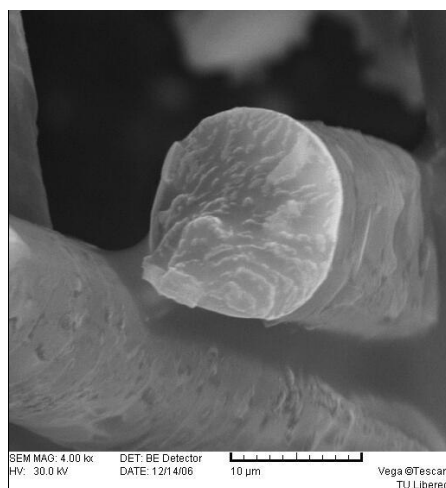
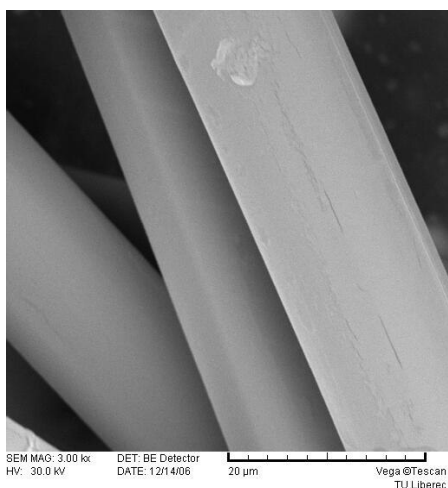
Obrázek 24: REM snímky – Kynol stabil.: podélný pohled (zv. 10 μm), řez (zv. 20 μm)



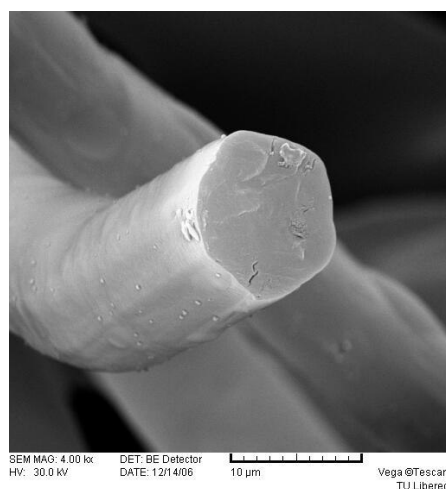
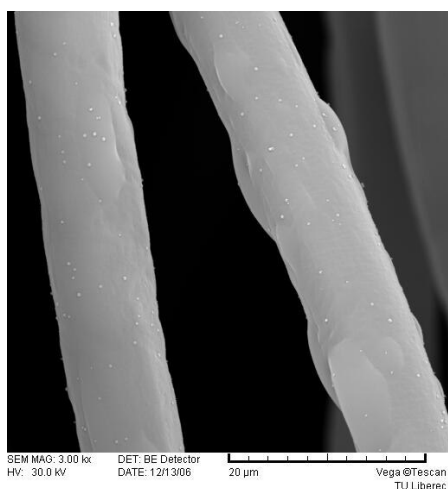
Obrázek 25: REM snímky – Kynol karbon.: podélný pohled (zv. 20 μm), řez (zv. 20 μm)



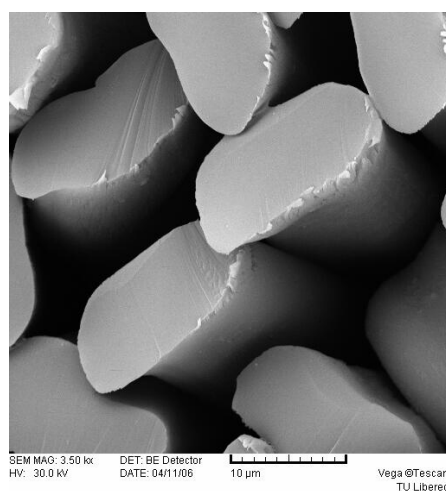
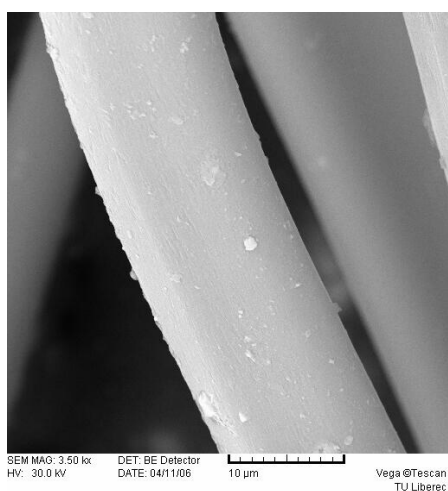
Obrázek 26: REM snímky – Kevlar: podélný pohled (zv. 10 μm), řez (zv. 20 μm)



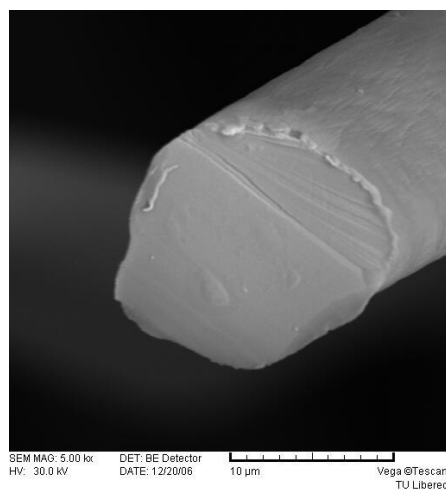
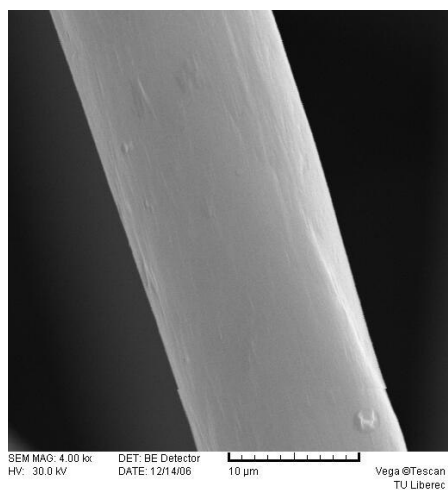
Obrázek 27: REM snímky – Kevlar stabil.: podélný pohled (zv. 20 μm), řez (zv. 10 μm)



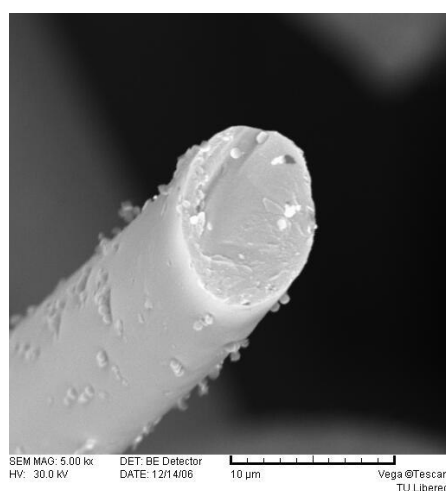
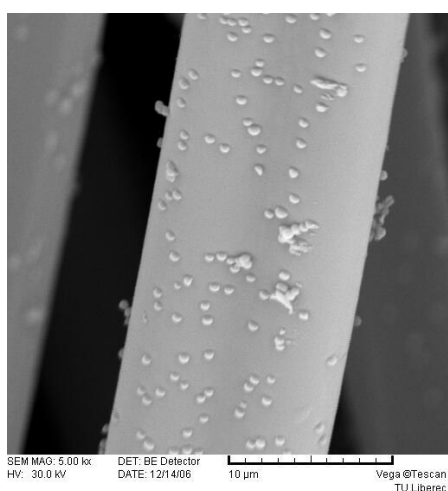
Obrázek 28: REM snímky – Kevlar karbon.: podélný pohled (zv. 20 μm), řez (zv. 10 μm)



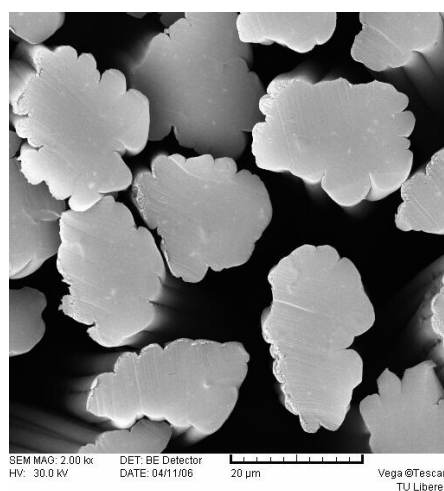
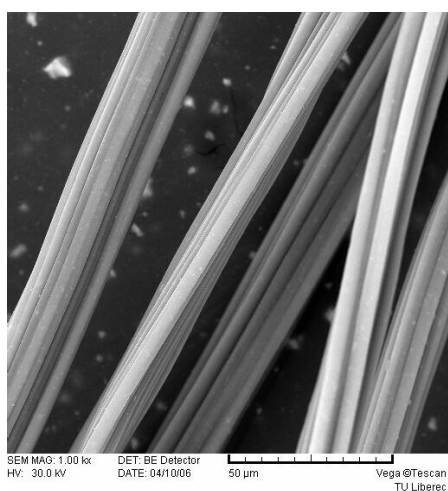
Obrázek 29: REM snímky – Nomex: podélný pohled (zv. 10 µm), řez (zv. 10 µm)



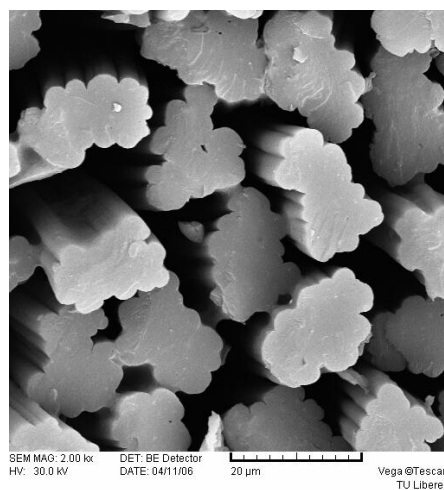
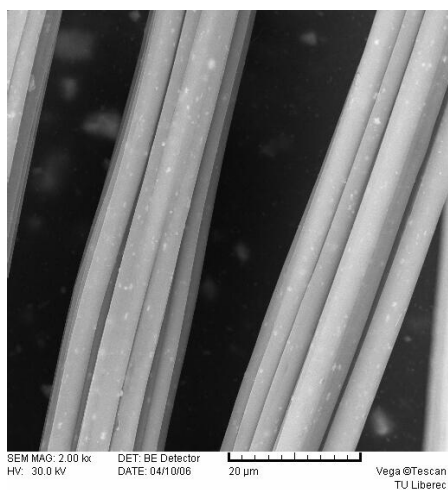
Obrázek 30: REM snímky – Nomex stabil.: podélný pohled (zv. 10 µm), řez (zv. 10 µm)



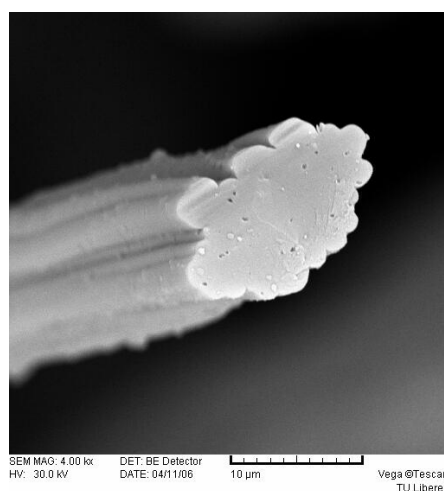
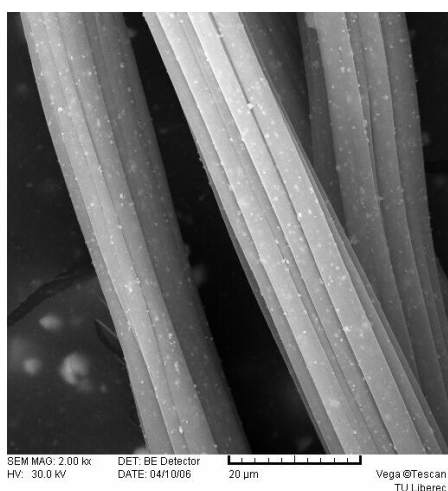
Obrázek 31: REM snímky – Nomex karbon.: podélný pohled (zv. 10 µm), řez (zv. 10 µm)



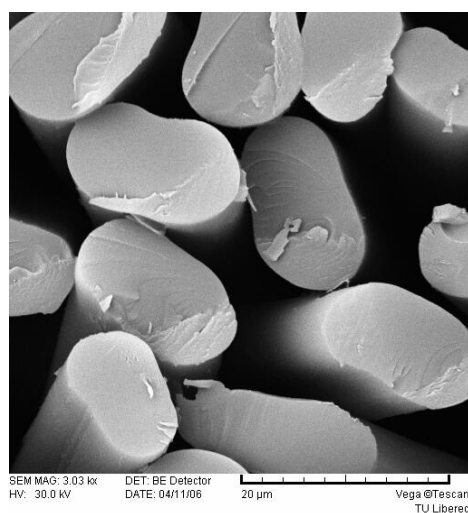
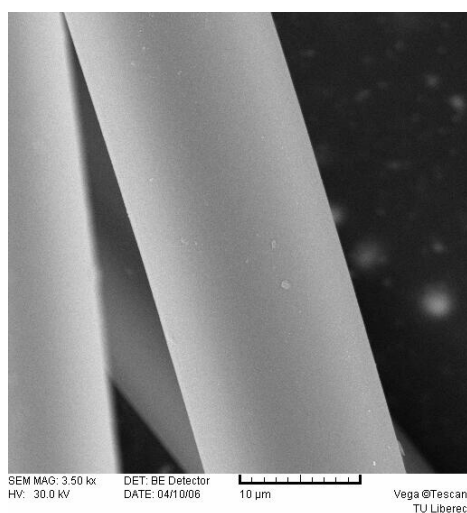
Obrázek 32: REM snímky – Viskóza: podélný pohled (zv. 50 μm), řez (zv. 20 μm)



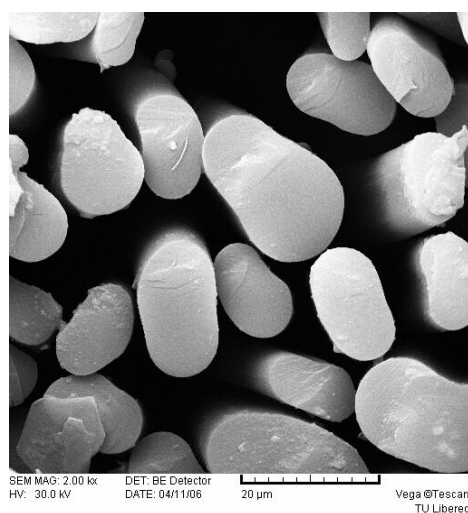
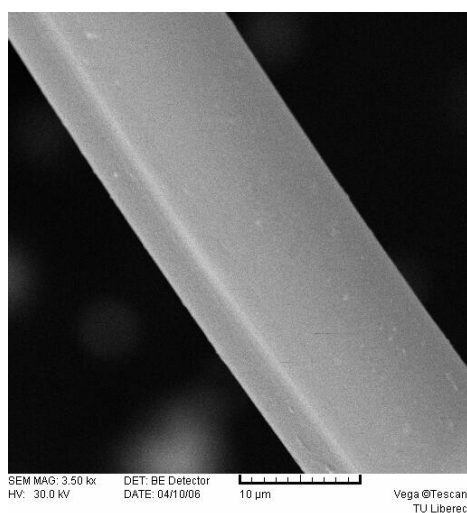
Obrázek 33: REM snímky – Viskóza stabil.: podélný pohled (zv. 20 μm), řez (zv. 20 μm)



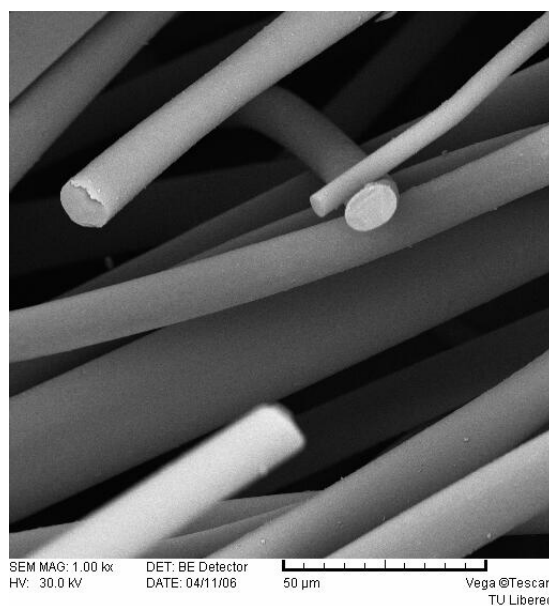
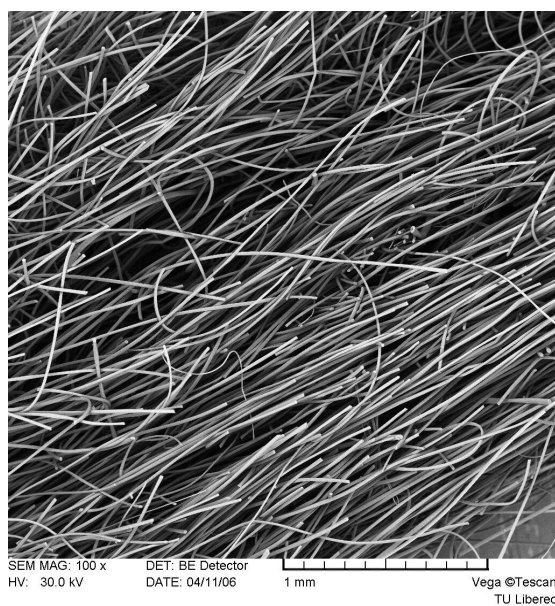
Obrázek 34: REM snímky - Viskóza karbon.: podélný pohled (zv. 10 μm), řez (zv. 20 μm)



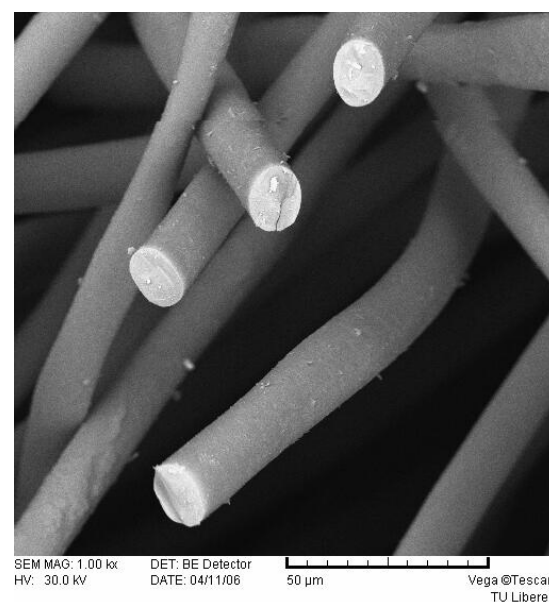
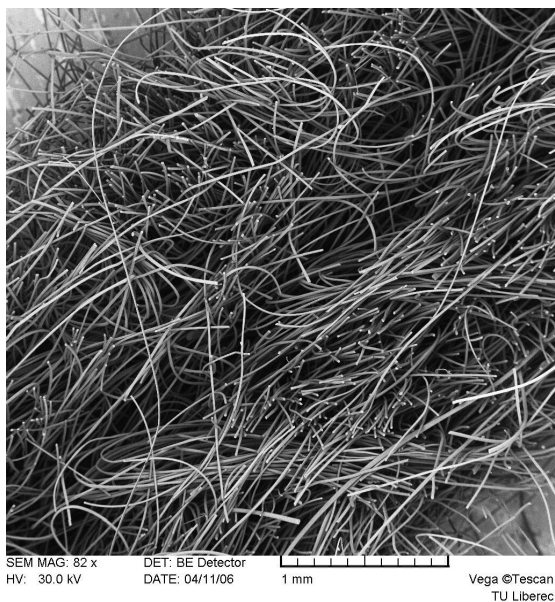
Obrázek 35: *REM snímky – Basofil: podélný pohled (zvětšeno 10 μm),
řez (zvětšeno 20 μm)*



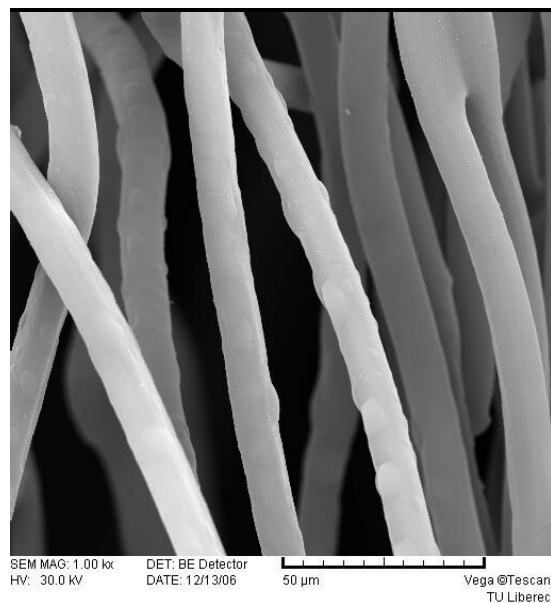
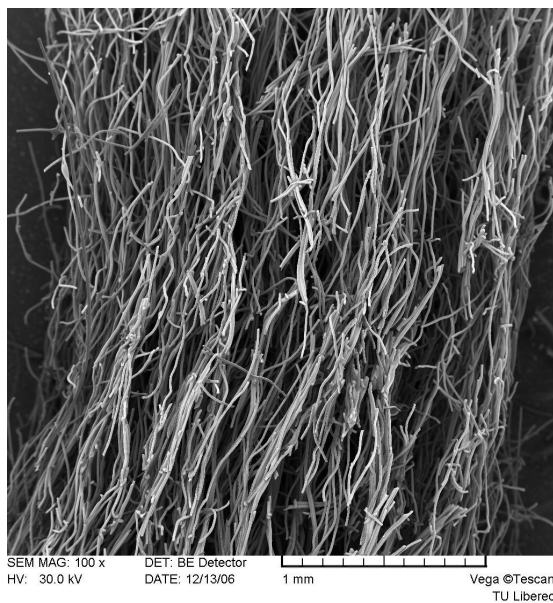
Obrázek 36: *REM snímky – Basofil stabilizovaný: podélný pohled (zvětšeno 10 μm),
řez (zvětšeno 20 μm)*



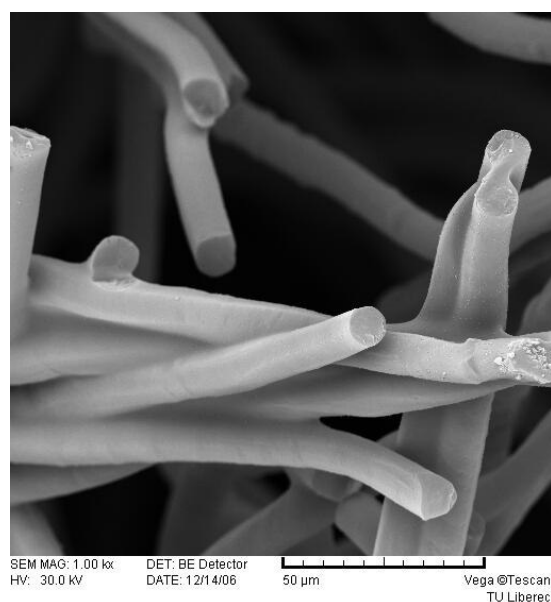
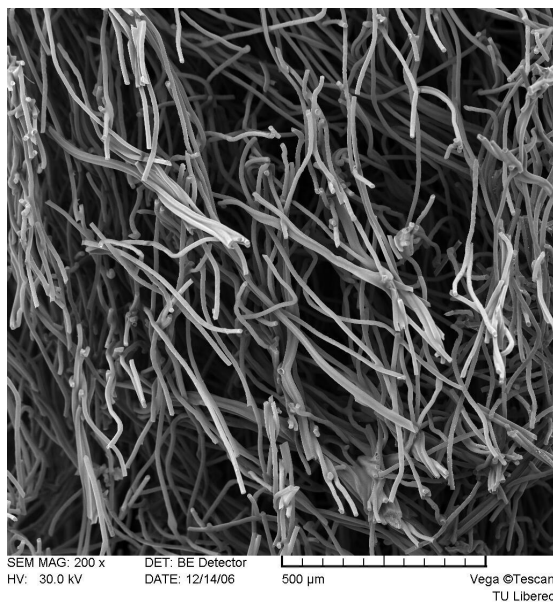
Obrázek 37: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Kynolu.*
Podélný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



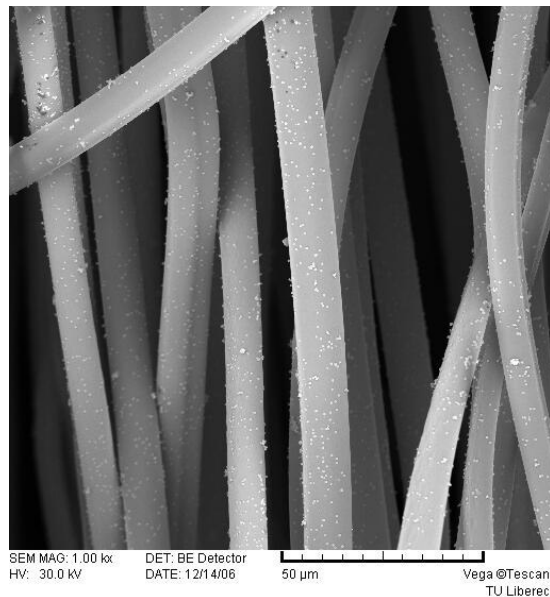
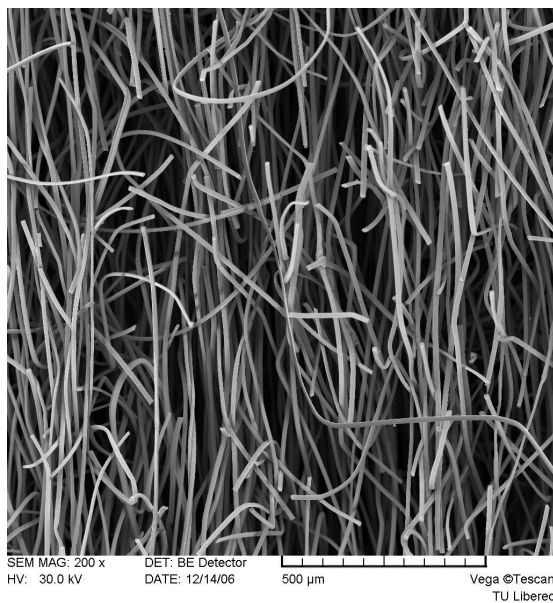
Obrázek 38: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Kynolu.*
Příčný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



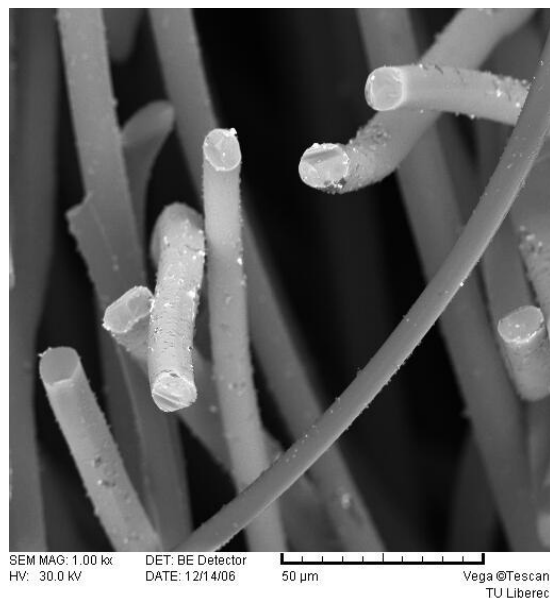
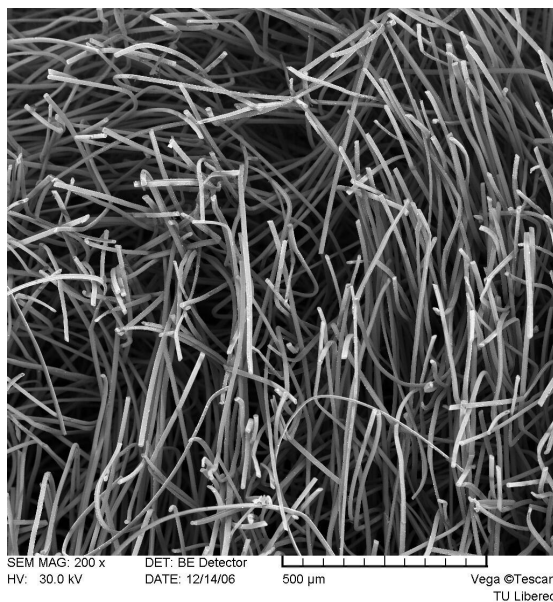
Obrázek 39: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Kevlaru.*
Podélný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



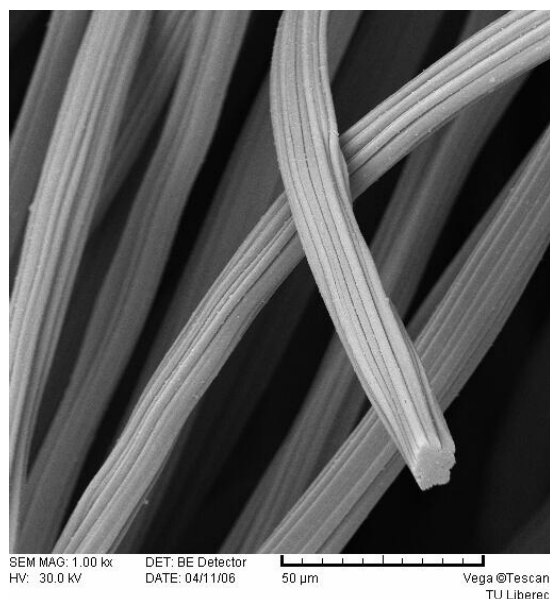
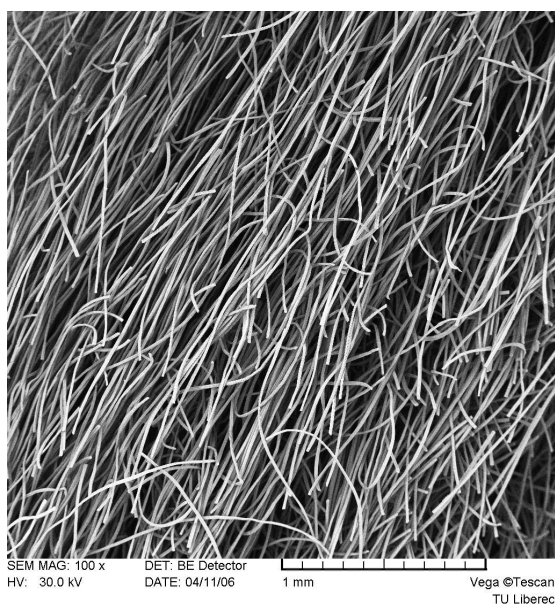
Obrázek 40: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Kevlaru.*
Příčný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



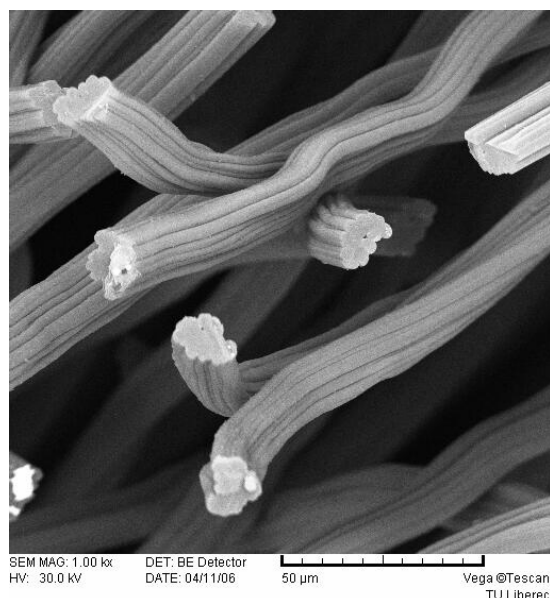
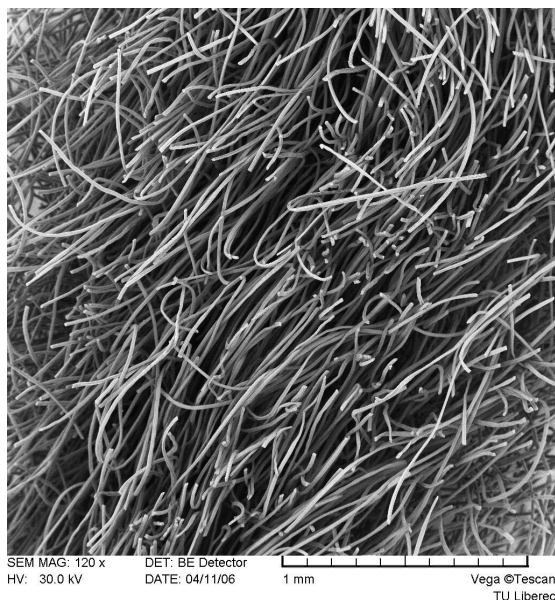
Obrázek 41: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Nomexu.*
Podélný řez (zvětšeno 1 mm a 50 μ m)



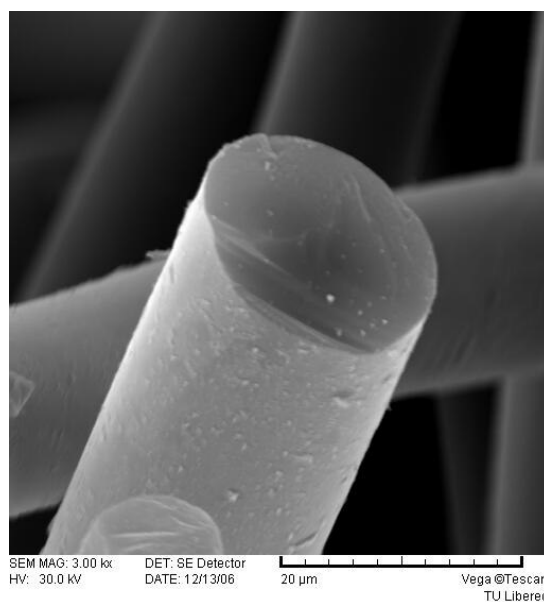
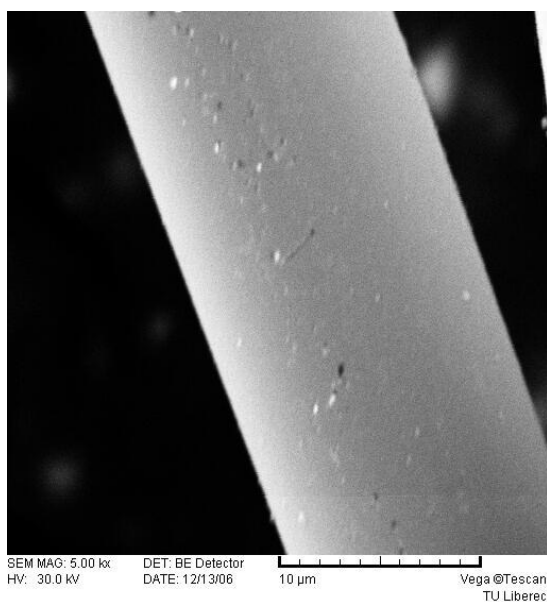
Obrázek 42: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Nomexu.*
Příčný řez (zvětšeno 1 mm a 50 μ m)



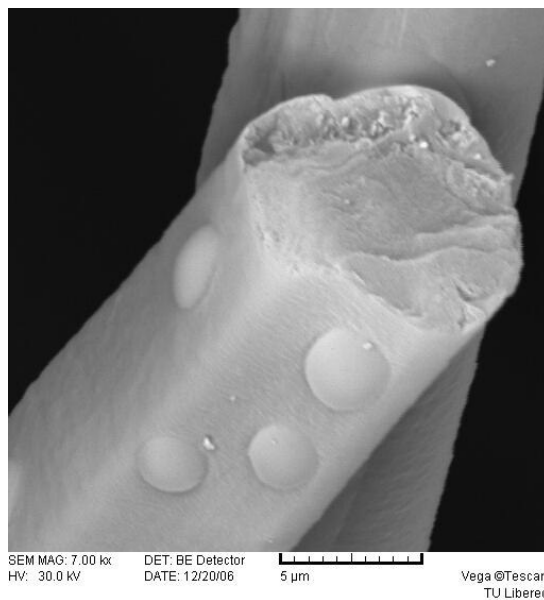
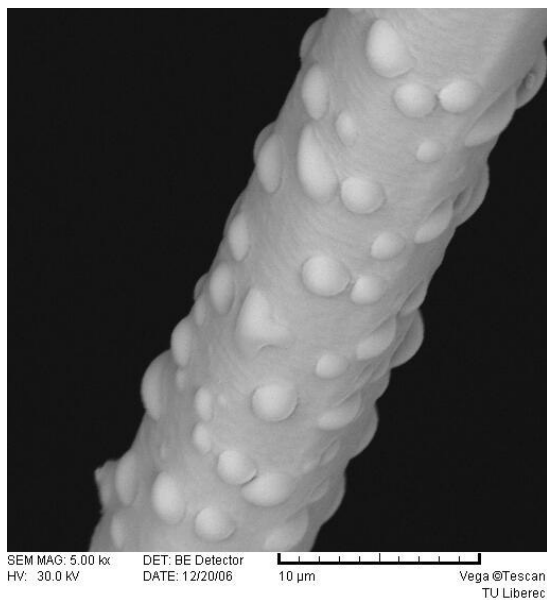
Obrázek 43: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Viskózy.*
Podélný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



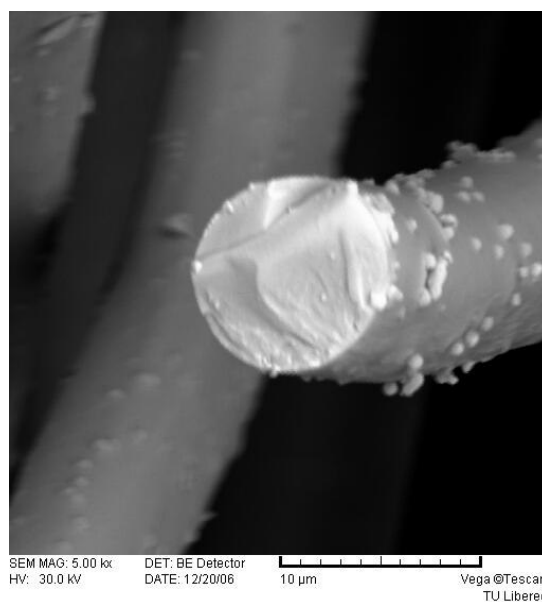
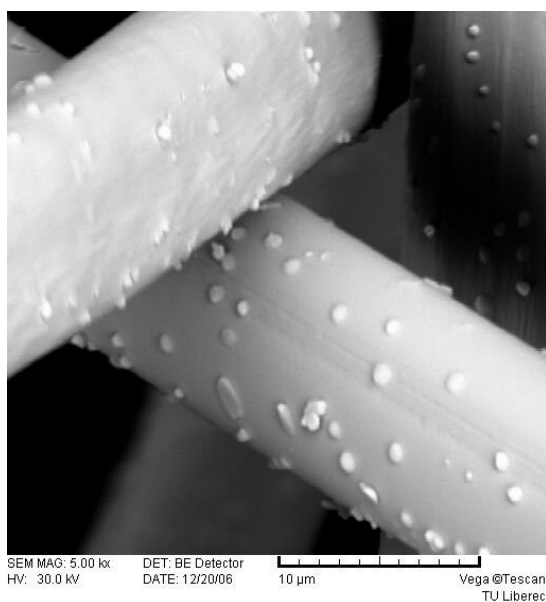
Obrázek 44: *REM snímky – pohled do karbonizované objemné struktury Viskózy.*
Příčný řez (zvětšeno 1 mm a 50 µm)



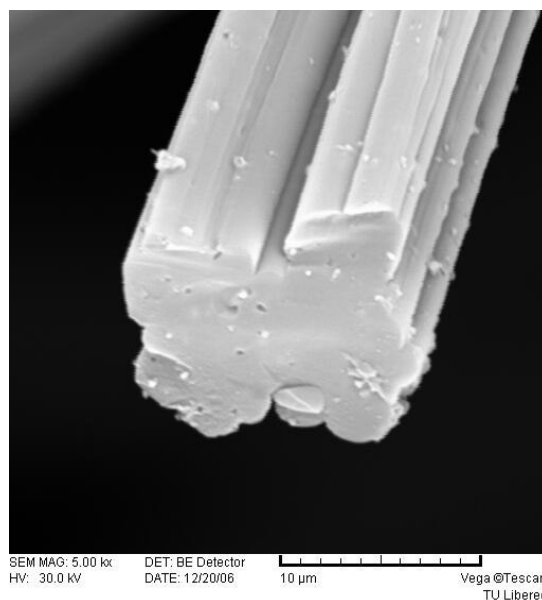
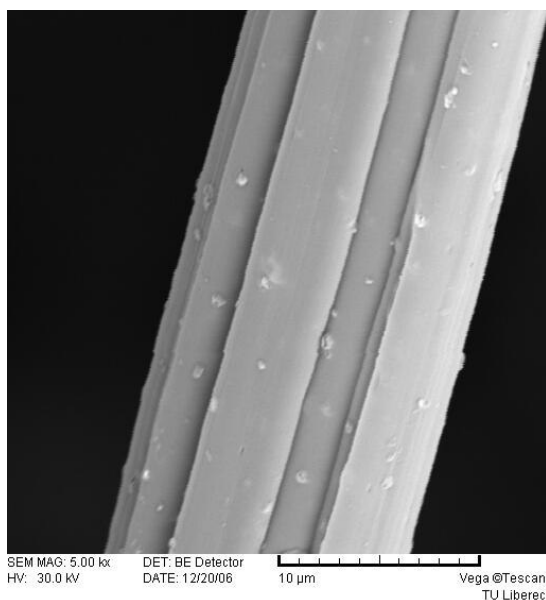
Obrázek 45: *REM snímky – Kynol aktivovaný: podélný pohled (zvětšeno 10 μm), řez (zvětšeno 20 μm)*



Obrázek 46: *REM snímky – Kevlar aktivovaný: podélný pohled (zvětšeno 10 μm), řez (zvětšeno 5 μm)*



Obrázek 47: REM snímky – Nomex aktivovaný.: podélný pohled (zvětšeno 10 µm), řez (zvětšeno 10 µm)



Obrázek 48: REM snímky – Viskóza aktivovaná.: podélný pohled (zvětšeno 10 µm), řez (zvětšeno 10 µm)

4.7 Měření stlačitelnosti textilie

Zjišťování stlačitelnosti vzorků bylo provedeno na přístroji UNI-THICKNESS-METER, metodou vycházející z normy ČSN 800844 (viz. kapitola 3.2). Byly měřeny vzorky původní, neupravené textilie a vzorky po karbonizaci.

Klimatické podmínky: teplota 24 °C, vlhkost vzduchu 51 %, tlak 97,20 kPa.

Popis měření stlačitelnosti textilie:

Vzorek byl umístěn na nosnou destičku a přítlačná deska vytvářela po danou dobu specifický tlak. Na přístroji byly zaznamenány hodnoty tloušťky textilie po zatížení, na jejichž základě byly sestrojeny grafy a vypočteny hodnoty stlačitelnosti jednotlivých vzorků objemných struktur.

Parametry zkoušky:

$P_1 = 1 \text{ kPa}$

$P_2 = 0,1 \text{ kPa}$

čas zkoušky: 30 s

plocha čelistí – 100 mm²

Při stlačování karbonizovaných vzorků bylo sledováno chování objemné struktury během zatěžování. Kromě tlaku P_1 a P_2 byly zatíženy také tlakem $P_3 = 2 \text{ kPa}$, jelikož u vzorků Kevlaru a Nomexu nedošlo k výrazným změnám ve stlačení objemné struktury během zatěžování tlakem P_1 a P_2 .

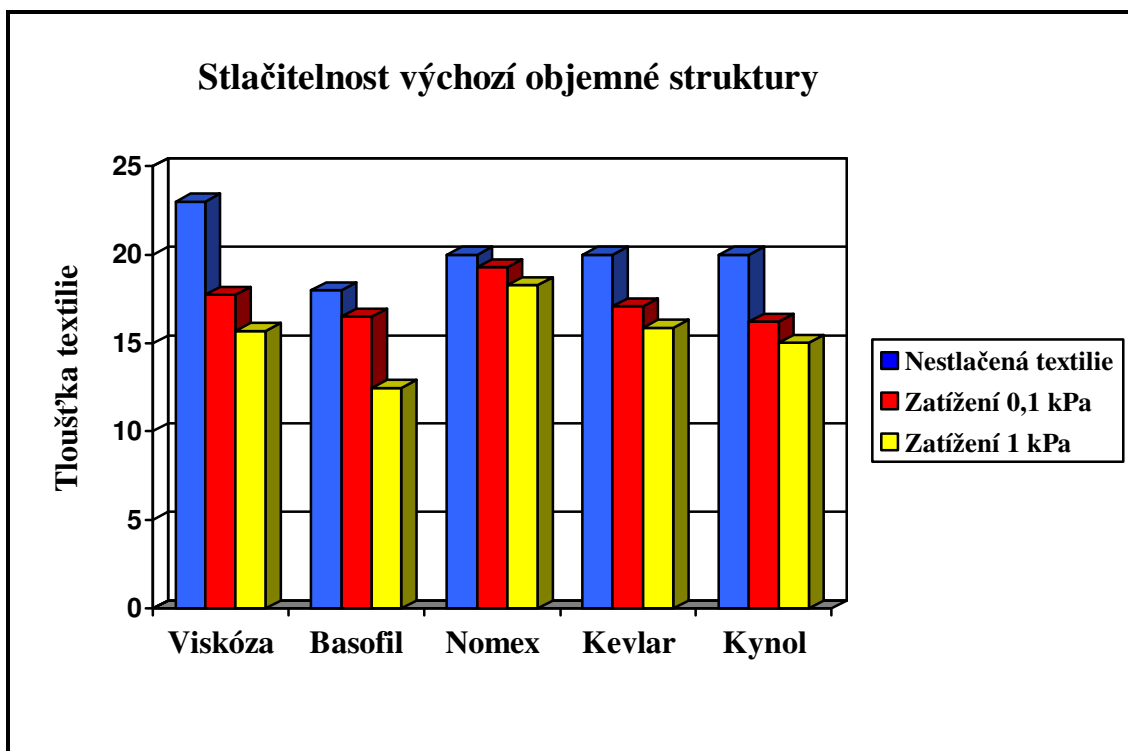
<i>Vláknenný materiál</i>	<i>Viskóza</i>	<i>Nomex</i>	<i>Basofil</i>	<i>Kevlar</i>	<i>Kynol</i>
$Z_p [\text{mm}]$	2,04	1,02	4,02	1,20	1,18
$Z_k [\text{mm}]$	2,02	0,20	7,70	0,10	3,1

Tabulka 5: *Stlačitelnost textilie*

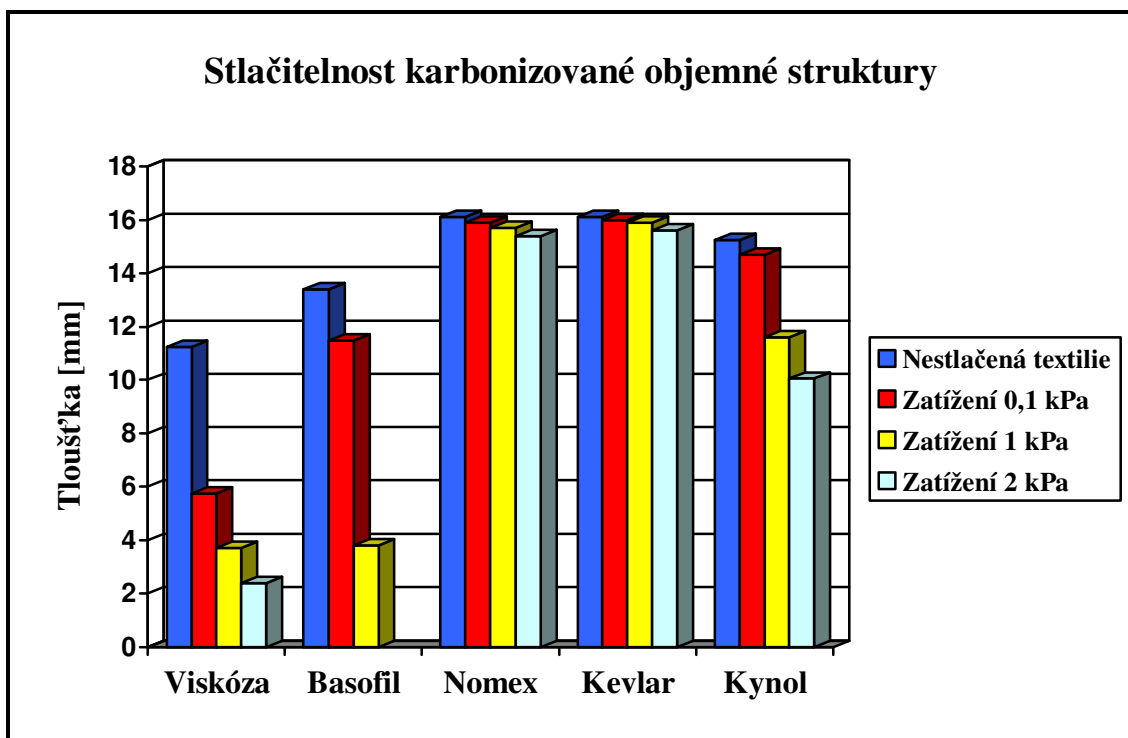
Z_p - stlačitelnost výchozí objemné struktury

Z_k - stlačitelnost karbonizované objemné struktury

Všechny naměřené hodnoty stlačitelnosti materiálu a jejich vyhodnocení jsou uvedeny v příloze C.



Obrázek 49: Graf stlačitelnosti výchozí objemné struktury



Obrázek 50: Graf stlačitelnosti karbonizované objemné struktury

4.8 Použité hodnotící experimentální techniky

4.8.1 Rastrovací elektronový mikroskop VEGA

REM VEGA je plně počítačem řízený rastrovací elektronový mikroskop, určený k pozorování povrchů při velkém zvětšení a velkou hloubkou ostrosti, k zaznamenávání a archivování zvětšených obrazů v standardním obrazovém formátu na počítačová záznamová média. Přístroj se skládá ze čtyř základních částí: fyzikální část, elektronika, počítač a software.

REM VEGA umožňuje pozorování vzorků v klasickém režimu s nutností naprašování vodivou vrstvou kovu (Au, Ag). Pracuje s vysokým vakuem v preparátové komoře. Mikroskop pracuje v režimu sekundárních a odražených elektronů. K tomu slouží 2 druhy detektorů: pro sekundární elektrony a pro odražené elektrony [38].

4.8.2 Tloušťkoměr

Přístroj se používá na měření některých textilních látek, kůže, umělých hmot atd. v laboratorních podmínkách. Oproti ručnímu přístrojům má elektronický přístroj širší využití. Výsledky se odečítají na displeji.

Přístroj se skládá z tlakového mechanismu a elektroniky. Vzorek se umísťuje na nosnou destičku o průměru 100 mm, kde je motoricky poháněná hlava přiblížena rychlostí 1 mm/sec a zvoleného tlaku. Hlava vytváří specifický tlak po danou dobu a na displeji ukazuje naměřenou tloušťku s přesností 0,1 mm. Zatížení se určuje v závislosti kvocientu hlavy na síle zatížení a plochy přítlačné desky. Zatížení lze provést v rozsahu 0,1 - 1000 kPa [33].

5. Výsledky a diskuse

5.1 Zhodnocení postupu stabilizace a karbonizace

Před stabilizací vzorků v sušícím zařízení bylo nutné provést nehořlavou úpravu vláken. Původní záměr nehořlavé úpravy byl u všech materiálů (Kevlar, Nomex, Viskóza) stejný.

Vzorky byly na jednu hodinu ponořeny do 5% vodného roztoku H_3PO_4 a po okapání přebytečné tekutiny byly připraveny k sušení. Vzorky Viskózy po vytažení z roztoku ztratily svůj původní tvar a objem, tloušťka vzorku se zmenšila přibližně o polovinu.

Tento postup se u vzorků z kevlaru a nomexu ukázal jako nevhodný. V objemné struktuře zůstala i po změně teplotního režimu vlhkost a při testování hořlavosti textilie se vlákna škvařila a hořela i po odstranění plamene. Proto byl zvolen postup, kdy vzorky byly vloženy do Petriho misky s 5% roztokem H_3PO_4 a uloženy do sušárny po dobu jedné hodiny při teplotě 110 °C. Takto upravené vzorky byly připraveny ke stabilizaci. U vzorků kynolu a basofilu nebyla provedena nehořlavá úprava. Teplotní režim stabilizace jednotlivých vzorků je uveden v kapitole 4.5.

Změny chování a vzhledu objemných struktur po stabilizaci:

Vzorky Viskózy po stabilizaci zčernaly, ztratily svůj původní objem a při nevhodné manipulaci docházelo k poškození vzorku. Vzorky Nomexu byly po stabilizaci tmavě hnědé a jejich objem se zvětšil. Vzorky Kevlaru byly po stabilizaci po celém svém obvodu černě žíhané, (avšak uvnitř struktury měla vlákna tmavě zelenou barvu), zvětšily svůj objem, vlákna se slepovala, docházelo k porušení kvazi-přízí na povrchu objemné struktury a vzorky se při neopatrné manipulaci rozpadaly. Vzorky Kynolu po stabilizaci změnilly svou barvu z oranžové na tmavě červenou, vzorky Basofilu získaly odstín žluté.

Karbonizace vzorků byla provedena v horizontální válcové peci a teplotní režim karbonizace (viz kapitola 4.6) byl u všech vzorků stejný. V průběhu karbonizace vzorků Kevlaru docházelo k ucpání trubičky, která odváděla zplodiny z karbonizační pícky. Proto byly před vložením do pícky vzorky upraveny na polovinu své původní délky. Po karbonizaci Kevlaru se po celém povrchu struktury utvořila vrstva, která zvýšila odpor textilie vůči stlačení. Pokud byla tato vrstva odstraněna, byl vzorek velice křehký a

drolil se. Vzorky Viskózy už nebyly po karbonizaci zpevněny kvazi-přízemi a neopatrnou manipulací se rozpadly. Vzorky Basofilu se po karbonizaci roztavily a vytvořily křehkou pěnu, která měla stále charakter objemné textilie. Proto se v karbonizaci dále nepokračovalo, vlákna Basofilu se ukázaly jako nevhodný výchozí materiál pro výrobu uhlíkových objemných textilií. Výjimečnou schopnost ukázaly vzorky Kynolu a Nomexu: pokud porušíme kvazi-příze na povrchu objemné struktury, lze tyto vzorky rozložit na plošnou textilií a opětovně složit do původního tvaru (obr. 51). Tuto schopnost si zachovaly i po opakovaném namáhání.



Obrázek 51: Rozložení vzorků Nomexu a Kynolu na plošnou textilií

Všechny vzorky byly po stabilizaci a karbonizaci zváženy. Zjistilo se, že dochází k podstatné ztrátě hmotnosti: ztráta hmotnosti Viskózy 45 ± 2 %, ztráta hmotnosti Kynolu 45 ± 3 %, ztráta hmotnosti Kevlaru 62 ± 5 %, ztráta hmotnosti Nomexu 44 ± 3 % a ztráta hmotnosti Basofilu byla 76 ± 2 %. Během karbonizace docházelo také ke změně velikosti vzorků zejména pak jejich tloušťky (viz příloha B). Změny ve vzhledu stabilizovaných a karbonizovaných vzorků v porovnání s původní, neupravenou objemnou strukturou je zaznamenán v příloze D.

5.2 Zhodnocení výsledků stlačitelnosti

Stlačení textilií bylo provedeno na tloušťkoměru (viz kapitola 4.4.2). Byly prověřovány vzorky původní, neupravené objemné struktury a vzorky po karbonizaci.

Z grafu na obr. 49 vyplývá, že nejmenší hodnotu stlačení a tudíž i největší odpor vůči stlačení mají vzorky Nomexu (1,02 mm), Kevlaru (1,2 mm) a Kynolu (1,18 mm). Naopak nejmenší odpor vůči stlačení vykazuje Basofil (4,02 mm).

Z grafu na obr. 50 je zřejmé, že největší odpor proti stlačení mají Kevlar a Nomex i během zatěžování karbonizovaných vzorků a největší hodnota stlačení byla naměřena opět u Basofilu.

Během stlačování karbonizovaných vzorků bylo také sledováno chování objemných struktur během zatěžování:

Viskóza – již při zatížení 0,1 kPa došlo k výrazné redukci tloušťky, vzorek se zdeformoval a po ukončení zatěžovací zkoušky se materiál nevrátil do stavu před zatížením rozpadl se.

Kevlar – u vzorků Kevlaru při zatížení 1 kPa, při zatížení 2 kPa se vzorek začal deformovat a po provedení zatěžovací zkoušky vzorek v tomto deformovaném stavu zůstal.

Nomex a Kynol – vzorky Kynolu a Nomexu si nejvíce zachovaly charakter původní objemné struktury a po provedení zkoušky se vzorky vrátily do stavu, který měly před zatěžovací zkouškou.

Basofil – velice křehký vzorek se při zatížení 0,1 kPa drobil, při zatížení 1 kPa se začal vzorek rozpadat, při zatížení 2 kPa se vzorek zcela rozpadl a proto nebyla zaznamenána na přístroji hodnota tloušťky materiálu.

Výsledky měření mohly být ovlivněny nepřesností měřícího zařízení, neboť norma měření stlačitelnosti materiálu požaduje velikost vzorku 100 mm × 100 mm. Tato podmínka nemohla být vzhledem k velikosti vaničky karbonizační pece splněna.

5.3 Zhodnocení výsledků z REM

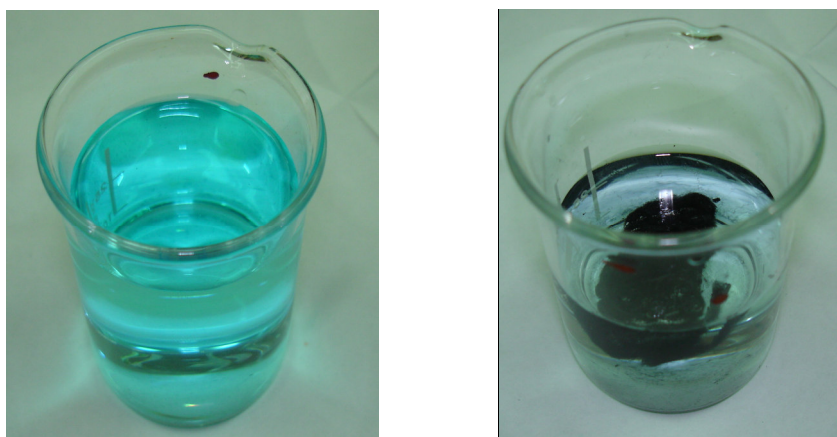
Na snímcích z REM sledujeme chování vláken v objemné struktuře a zda mají uhlíkové materiály větší měrný povrch než prekurzor pro jejich výrobu.

Největší změnu měrného povrchu pozorujeme u vláken Viskózy. Po stabilizaci se v řezu vláken vytvořily póry, jejichž počet a velikost se ještě po karbonizaci a zejména po aktivaci zvětšil. Na vláknech Kynolu se po karbonizaci utvořily drobné úlomky, které byly ovšem aktivací odstraněny. Také na vláknech Nomexu se po karbonizaci

objevily útvary převážně ve tvaru kuliček, které na vláknech zůstaly i po aktivaci. Tyto jevy mohou být důsledkem nedostatečného odstranění lubrikace a nečistot z povrchu vláken. Na vláknech Kevlaru se po karbonizaci utvořily bubliny, které se po aktivaci ještě více zaoblily, čímž zvětšily svůj povrch, vlákna se v objemné struktuře slepovala. Na Basofilových vláknech nebyly po stabilizaci pozorovány výrazné změny a v důsledku roztavení vláken nebylo provedeno vyhodnocení na REM.

Dodatečnou úpravu (aktivaci) povrchu vláken (obr. 45-48) je nutné provádět, pokud mají uhlíková vlákna sloužit jako sorpční materiál s vysokým měrným povrchem. Tyto postupy obvykle představují opatrnou oxidaci. Grafitický uhlík sice odolává běžným oxidačním činidlům, přesto je možné jej v povrchové vrstvě oxidovat (leptat) koncentrovanou kyselinou dusičnou za tepla, případně směsí kyseliny dusičné a sírové. Jednotlivé vzorky materiálů byly tímto způsobem čištěny po dobu 10 minut (koncentrovaná kyselina dusičná + 10 % koncentrované kyseliny sírové, teplota 60 °C).

Nejjednodušší test pro zjištění sorpční aktivity povrchu spočívá ve vložení materiálu do roztoku barviva a sledování, zda se část barviva z roztoku přesune na povrch materiálu. Pro zkoušku jsme vybrali methylenovou modř. Jednotlivé vlákenné materiály v objemu cca 1 cm³ jsme vložili do roztoku barviva a sledovali za mírného míchání, zda se intenzita původního zbarvení snižuje (obr. 52). Nejefektivnější sorpci vykázal uhlíkový materiál z viskóзовého prekurzoru. Pro tento materiál jsme provedli orientační spektrofotometrické stanovení úbytku methylenové modři z testovaného roztoku. Naměřená sorpce byla 89,5 %.



Obrázek 52: Sorpce uhlíkového materiálu z viskóзовého prekurzoru

Závěr

Cílem této diplomové práce bylo navrhnout vhodný postup karbonizace objemných, kolmo kladených netkaných textilií a zhodnotit výsledné karbonizované materiály. Jako výchozí surovina pro výrobu objemných struktur byla použita tato vlákna s vysokou tepelnou odolností: Kynol, Basofil, Nomex, Kevlar a Viskóza. Kolmé kladení bylo provedeno ručně a objemná struktura byla poté mechanicky zpevněna kvazi-přízemi. U těchto vzorků byla dále provedena mechanická zkouška (testování stlačitelnosti struktury) a byly sledovány změny struktury vzorků na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Nejlepších výsledků karbonizace objemných struktur dosáhly vzorky, kde jako prekurzor pro výrobu uhlíkových materiálů byla použita vlákna Kynol a Nomex. Oba materiály si po karbonizaci zachovaly charakter objemné textilie a její nejdůležitější vlastnosti při hodnocení použitelnosti – odolnost vůči stlačení a schopnost zotavení po opakovaném namáhání.

Jelikož jedním z rozhodnutí pro výrobu určitého produktu je i stránka finanční, nenáročnost přípravy objemných textilií před karbonizací se stává důležitým faktorem. Z tohoto hlediska se jednoznačně nejvhodnějším materiálem pro výrobu uhlíkových objemných struktur stává Kynol, neboť toto vlákno nevyžaduje nehořlavou úpravu a tím se celý proces výroby uhlíkových objemných struktur zjednodušuje. Na rozdíl od objemné struktury Nomexu, jehož příprava před karbonizací je náročná.

Výjimečné vlastnosti (vysoká sorpce materiálu) ukázaly také karbonizované vzorky viskózových vláken, bohužel jejich nevýhodou je ztráta jejich původní tloušťky již během úpravy vzorků objemných textilií - textilie ztrácí charakter objemné struktury.

Důležitým zjištěním je fakt, že objemné struktury Kynolu a Nomexu můžeme rozložit tak, aby vytvořily plošnou textilií a poté je opět složit do původního tvaru. Proto bych doporučila zaměřit se dále na možnost vyrobit objemnou karbonizovanou textilií skládáním plošné karbonizované textilie do požadovaného tvaru a tloušťky objemné struktury.

I když tato diplomová práce neobsahuje všechna hlediska potřebná k zodpovědnému zhodnocení, domnívám se, že na základě dosažených výsledků je reálné uplatnění některých testovaných objemných struktur pro filtry nebo vložky do filtračních zařízení, případně jako nosič katalyzátoru.

Seznam použité literatury

- [1] Jirsák, O. – Kalinová, K.: *Netkané textilie*, Skriptum, TU Liberec, 2003
- [2] Krčma, R., Jirsák, O., Hanuš, J.: XXV. Mezinárodní kolokvium netkaných textilií, *NT- představy a skutečnost*, Sborník přednášek, Brno, 1997
- [3] IST 120.2 – 92. *INDA Standart Test Methods*, INDA, Carry, NC, 1993
- [4] Duxová, V.: *Studium vlivu postupné rychlosti laminování pomocí kvazi-přízí na soudržnost laminovaných NT*, Semestrální práce, TU Liberec,
- [5] Machaňová, D. a kol.: *Technologie zušlechťování*, Skriptum, TU Liberec, 2002
- [6] Buchar, J. a kol.: *Pokroky vědy a techniky v textilním průmyslu – Zušlechťování*, SNTL Praha, 1982
- [7] Borecký, M.: *Nehořlavá úprava objemných textilií*, DP, TU Liberec, 1995
- [8] Kučerová, A.: *Způsoby nánosu nehořlavých úprav na objemné textilie a sledování stupně jejich hořlavosti*, DP, TU Liberec, 1996
- [9] Militký, J.: *Technické textilie*, Skriptum, TU Liberec, 2002
- [10] Militký, J.: *Speciální vlákna*, Skriptum, TU Liberec, 2005
- [11] Kynol – *Firemní literatura*
- [12] Dostupné on-line: www.kynol.com
- [13] Basofil – *Firemní literatura*
- [14] Košková, B.: *Struktura a vlastnosti vláken*, Skriptum, VŠST Liberec 1989
- [15] Sodomka, L.: *Uhlíková vlákna jejich struktura, technologie, vlastnosti a použití*, Výzkumná zpráva, VŠST Liberec, 1994
- [16] Grégr, J. a kol.: *Carbon fibres from today's viewpoint*, Sborník konference STRUTEX, TU Liberec 2002
- [17] Tomková, B.: *Kompozity s textilní výztuží, Přednášky*, nepublikováno, TU Liberec 2005
- [18] Grégr, J.: *Moderní pohledy na formy a modifikace uhlíku*, Zpráva pro centrum TEXTIL, TU Liberec, 2004
- [19] Dostupné on-line: www.ajd.czest.pl
- [20] Weiss, Z. a kol.: *Nanostruktura uhlíkových materiálů*, Repronis Ostrava, 2005
- [21] Dostupné on-line: www.ahwahneetech.com
- [22] Brožura - *Plasty a kaučuk*, 26, č. 6, 1989
- [23] Militký, J.: *Textilní vlákna*, Skriptum, TU Liberec, 2005

- [24] Suárez-García, F., a kol.: *Activated carbon fibers from Nomex by chemical activation with phosphoric acid*, Instituto Nacional del Carbon, Spain, 2004
- [25] Sodomka, L.: *Fyzika kondenzovaných látek III*, Adhesiv Liberec, 2003
- [26] Grégr, J.: *Uhlíková vlákna*, KCH, TU Liberec, 2002
- [27] Baroš, R. A.: *Kompozitní materiály*, SNTL Praha, 1988
- [28] Patent WO 02/42532 A1: *Method for the carbonization of an at least inherently stable two-dimensional textile structure*, 2002
- [29] Žurnál: *Technische Textilie*, 45, Duben 2002
- [30] Gurudatt, L., Tripathii, V.: *Studies on changes in morphology during carbonization and activation of pretreated viscose rayon fabrics*, Carbon, 1998
- [31] ČSN 80 0845: *Stanovení objemové hmotnosti*
- [32] ČSN 80 0844: *Stanovení tloušťky*
- [33] UNI-THICKNESS-METER: *Uživatelská příručka*
- [34] DIN 51 961: *Testování hořlavosti*
- [35] Hanousek, J. – Charamza, P.: *Moderní metody zpracování dat*, Grada Praha, 1992
- [36] Dostupné on-line: www.ft.vslib/depart/knt
- [37] *Uživatelská příručka karbonizační pece*
- [38] Vega REM: *Uživatelská příručka*, TESCAN

Přílohy

Příloha A

Naměřené hodnoty průměrů vláken.

Průměr vláken [μm]					
Číslo vzorku	Viskóza	Kynol	Kevlar	Nomex	Basofil
1	17	16	16	12	12
2	20	22	14	12	10
3	20	18	14	14	12
4	22	21	16	14	12
5	22	20	14	14	12
6	18	20	15	16	13
7	20	22	14	13	13
8	22	20	16	14	16
9	20	22	14	14	10
10	20	21	16	14	15
11	20	16	16	14	14
12	21	18	14	14	12
13	22	20	15	14	13
14	21	20	14	15	16
15	19	20	15	15	16
x [μm]	20,27	19,74	14,87	13,94	13,07
s [μm]	1,438	1,944	0,915	1,033	1,981
v [%]	7,10	9,853	6,158	7,413	15,160

Příloha B

Naměřené hodnoty hmotností a tloušťky vzorků po stabilizaci a karbonizaci.

VISKÓZA						
Číslo vzorku	Tloušťka původního vzorku [mm]	Hmotnost původního vzorku [g]	Hmotnost stabil. vzorku [g]	Tloušťka karbon. vzorku [mm]	Hmotnost karbon. vzorku [g]	Ztráta hmotnosti [%]
1	23	1,380	1,234	12	0,918	47,97
2	23	1,235	1,224	11	0,667	45,99
3	23	1,192	1,165	11	0,659	44,71
4	23	1,232	1,218	11	0,665	46,02
5	23	1,194	1,167	10	0,660	44,70
6	23	1,376	1,231	12	0,960	44,77
7	23	1,241	1,109	11	0,692	44,24
8	23	1,362	1,213	12	0,772	43,32
x [μm]	23	1,277	1,195	11,25	0,699	45,215
s [μm]	-	0,082	0,044	0,707	0,046	1,420
v [%]	-	6,405	3,687	6,285	6,570	3,134
KYNOL						
Číslo vzorku	Tloušťka původního vzorku [mm]	Hmotnost původního vzorku [g]	Hmotnost stabil. vzorku [g]	Tloušťka karbon. vzorku [mm]	Hmotnost karbon. vzorku [g]	Ztráta hmotnosti [%]
1	20	1,229	1,236	15	0,674	45,15
2	20	1,221	1,236	15	0,683	44,06
3	20	1,117	1,129	14	0,637	42,97
4	20	1,209	1,223	15	0,675	44,16
5	20	1,186	1,200	17	0,624	47,39
6	20	1,178	1,192	17	0,628	46,69
7	20	1,140	1,151	14	0,659	42,19
8	20	1,230	1,243	15	0,678	44,88
x [μm]	20	1,189	1,201	15,25	0,657	44,686
s [μm]	-	0,042	0,042	1,165	0,024	1,749
v [%]	-	3,540	3,513	7,640	3,667	3,915

KEVLAR						
Číslo vzorku	Tloušťka původního vzorku [mm]	Hmotnost původního vzorku [g]	Hmotnost stabil. vzorku [g]	Tloušťka karbon. vzorku [mm]	Hmotnost karbon. vzorku [g]	Ztráta hmotnosti [%]
1	20	1,362	1,856	16	0,490	64,02
2	20	1,154	1,326	16	0,374	67,59
3	20	1,422	2,008	17	0,571	59,85
4	20	1,252	1,578	16	0,416	66,77
5	20	1,362	2,482	16	0,530	61,01
6	20	1,225	1,602	17	0,437	64,33
7	20	1,373	1,891	15	0,553	59,72
8	20	1,411	2,884	16	0,620	56,06
x [μm]	20	1,320	1,951	16,125	0,499	62,419
s [μm]	-	0,097	0,510	0,641	0,085	3,931
v [%]	-	7,369	26,155	3,974	16,960	6,298
NOMEX						
Číslo vzorku	Tloušťka původního vzorku [mm]	Hmotnost původního vzorku [g]	Hmotnost stabil. vzorku [g]	Tloušťka karbon. vzorku [mm]	Hmotnost karbon. vzorku [g]	Ztráta hmotnosti [%]
1	20	1,218	1,361	17	0,642	47,29
2	20	1,343	1,418	17	0,715	46,76
3	20	1,654	1,791	16	0,943	42,99
4	20	1,960	1,902	16	1,035	41,20
5	20	1,538	1,673	17	0,915	40,51
6	20	1,524	1,634	17	0,872	42,78
7	20	1,356	1,453	15	0,745	45,06
8	20	1,345	1,434	17	0,728	45,87
x [μm]	20	1,467	1,583	16,5	0,824	44,058
s [μm]	-	0,183	0,197	0,756	0,136	2,551
v [%]	-	12,455	12,437	4,581	16,521	5,791
BASOFIL						
Číslo vzorku	Tloušťka původního vzorku [mm]	Hmotnost původního vzorku [g]	Hmotnost stabil. vzorku [g]	Tloušťka karbon. vzorku [mm]	Hmotnost karbon. vzorku [g]	Ztráta hmotnosti [%]
1	18	0,854	0,819	13	0,198	76,81
2	18	0,940	0,861	14	0,235	75,00
3	18	0,841	0,768	13	0,189	77,53

4	18	0,943	0,861	-	-	-
5	18	0,983	0,898	-	-	-
6	18	0,946	0,862	-	-	-
7	18	0,953	0,873	-	-	-
8	18	0,959	0,770	-	-	-
x [μm]	18	0,927	0,839	13,334	0,207	76,447
s [μm]	-	0,051	0,048	0,577	0,024	1,304
v [%]	-	5,549	5,758	4,330	11,778	1,705

Příloha C

Naměřené hodnoty stlačitelnosti výchozí objemné struktury.

	Viskóza [mm]		Nomex [mm]		Basofil [mm]	
Číslo vzorku	Tloušťka při zatížení P_1	Tloušťka při zatížení P_2	Tloušťka při zatížení P_1	Tloušťka při zatížení P_2	Tloušťka při zatížení P_1	Tloušťka při zatížení P_2
1	15,40	17,50	18,40	19,50	12,60	16,90
2	15,90	17,40	18,30	19,20	12,70	16,20
3	16,40	18,50	18,20	19,10	12,40	16,70
4	15,60	17,90	18,30	19,40	12,30	16,20
5	15,20	17,40	18,20	19,30	12,40	16,50
x [μm]	15,70	17,74	18,28	19,30	12,48	16,50
s [μm]	0,435	0,472	0,084	0,158	0,164	0,308
v [%]	2,748	2,662	0,458	0,819	1,317	1,858
Z_p	2,04		1,02		4,02	

	Kevlar [mm]		Kynol [mm]	
Číslo vzorku	Tloušťka při zatížení P_1	Tloušťka při zatížení P_2	Tloušťka při zatížení P_1	Tloušťka při zatížení P_2
1	15,80	17,60	14,90	16,40
2	15,95	17,50	15,30	16,20
3	15,67	16,60	14,80	16,10
4	15,90	16,40	14,90	16,20
5	16,02	17,30	15,30	16,20
x [μm]	15,88	17,08	15,04	16,22
s [μm]	0,148	0,545	0,241	0,110
v [%]	0,934	3,191	1,601	0,676
Z_p	1,20		1,18	

Naměřené hodnoty stlačitelnosti karbonizované textilie.

	Viskóza [mm]			Nomex [mm]			Basofil [mm]	
Číslo vzorku	Tloušťka při zatížení P ₁	Tloušťka při zatížení P ₂	Tloušťka při zatížení P ₃	Tloušťka při zatížení P ₁	Tloušťka při zatížení P ₂	Tloušťka při zatížení P ₃	Tloušťka při zatížení P ₁	Tloušťka při zatížení P ₂
1	3,72	5,71	2,40	15,70	15,90	15,40	3,80	11,50
2	3,80	5,72	2,30	15,60	15,80	15,40	3,90	11,40
3	3,72	5,75	2,40	15,70	15,90	15,40	3,80	11,50
4	3,71	5,80	2,50	15,80	16,00	15,60	3,80	11,50
5	3,72	5,76	2,40	15,70	15,90	15,20	3,90	11,60
x [μm]	3,72	5,74	2,40	15,70	15,90	15,40	3,76	11,50
s [μm]	0,007	0,014	0,071	0,071	0,071	0,141	0,055	0,071
v [%]	0,190	0,246	2,946	0,450	0,445	0,918	1,457	0,615
Z _k	2,02			0,20			7,74	

	Kevlar [mm]			Kynol [mm]		
Číslo vzorku	Tloušťka při zatížení P ₁	Tloušťka při zatížení P ₂	Tloušťka při zatížení P ₃	Tloušťka při zatížení P ₁	Tloušťka při zatížení P ₂	Tloušťka při zatížení P ₃
1	15,90	16,00	15,60	11,60	14,70	10,10
2	15,90	16,00	15,70	11,60	14,70	10,00
3	15,80	15,90	15,50	11,90	14,80	9,78
4	16,00	16,10	15,50	11,60	14,70	10,10
5	15,90	16,00	15,60	11,50	14,60	10,10
x [μm]	15,90	16,00	15,58	11,60	14,70	10,06
s [μm]	0,071	0,071	0,084	0,071	0,071	0,061
v [%]	0,445	0,445	0,537	0,610	0,481	0,603
Z _k	0,10			3,10		

Příloha D



Kynol – výchozí objemná struktura



Kynol – stabilizovaný vzorek



Kynol - karbonizovaný vzorek



Kevlar - výchozí objemná struktura



Kevlar - stabilizovaný vzorek



Kevlar - karbonizovaný vzorek



Viskóza - výchozí objemná struktura



Viskóza - stabilizovaný vzorek



Viskóza - karbonizovaný vzorek



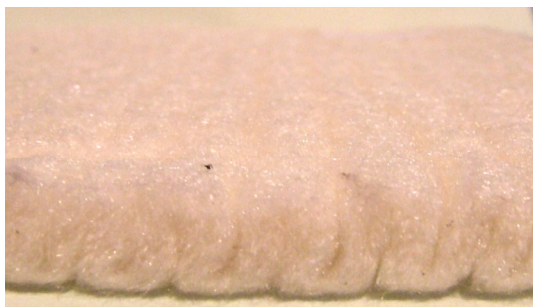
Nomex - výchozí objemná struktura



Nomex - stabilizovaný vzorek



Nomex - karbonizovaný vzorek



Basofil - výchozí objemná struktura



Basofil - stabilizovaný vzorek



Basofil - karbonizovaný vzorek